

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Сибирский государственный университет науки и технологий имени
академика М.Ф. Решетнева»

На правах рукописи

ЗЕМЦОВ ДЕНИС АНДРЕЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА КОЛОНН ТЕРМИЧЕСКОЙ РЕКТИФИКАЦИИ
В ТЕХНОЛОГИЯХ ПЕРЕРАБОТКИ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

05.21.03 – Технология и оборудование химической
переработки биомассы дерева; химия древесины

Диссертация
на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Научный руководитель
доктор технических наук, профессор
Войнов Николай Александрович

Красноярск – 2017

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ГЛАВА 1. АНАЛИЗ СПОСОБОВ И АППАРАТОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ПРИ РЕКТИФИКАЦИИ В ТЕХНОЛОГИЯХ ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ.....	7
1.1 Основы термической ректификации.....	7
1.2 Ректификация в технологиях переработки растительного сырья.....	13
1.3 Анализ способов проведения термической ректификации.....	17
1.4 Анализ контактных ступеней.....	21
1.5 Интенсификация теплосъема.....	30
Выводы по главе 1.....	32
ГЛАВА 2. МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ.....	35
Выводы по главе 2.....	47
ГЛАВА 3. ЭКСПЕРЕМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	48
3.1 Исследование термической ректификации на ступенях с низким массообменном, выполненных из пластин.....	48
3.2 Интенсификация массообмена на ступенях, выполненных из пластин....	57
3.3 Исследование эффективности на ступени с высоким массообменом.....	61
Выводы по главе 3.....	73
ГЛАВА 4. ПРИКЛАДНАЯ ЧАСТЬ.....	75
4.1 Исследование многоступенчатых колонн с контактными ступенями, выполненными из пластин.....	75
4.2 Исследование колонны с вихревыми контактными ступенями при термической ректификации.....	85
4.3 Исследование термической ректификации в колонне со стекающей пленкой.....	89
Выводы по главе 4.....	95
Основные результаты и выводы по работе.....	97
Список литературы.....	99

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования. Процесс ректификации широко применяется в промышленных технологиях переработки биомассы дерева при получении этилового спирта, скипидара, канифоли, талового масла, сульфатного мыла, биотоплива, регенерации экстрактивных реагентов и т. д.

При переработке растительного сырья продукты, подвергаемые ректификации, в основном многокомпонентные, трудно разделяемы, подвергаются термическому распаду при длительном воздействии температуры и деструкции, с образованием на греющих поверхностях отложений и смол. Протекающие при этом химические процессы (изомеризации, диспропорционирования, декарбоксилирования и димеризации) оказывают отрицательное влияние на выход и качество продукта, что требует проведения процесса ректификации при низкой температуре и давлении, которые при адиабатической ректификации не всегда возможно осуществить.

В этой связи, в ряде случаев, для разделения сред целесообразно использовать термическую ректификацию. При термической ректификации разделение смеси сопровождается подводом тепла на контактные ступени либо его отводом теплообменными устройствами для интенсификации процессов испарения и конденсации в системе. Для интенсификации процесса разделения наибольший интерес, на наш взгляд, представляют установки со встроенными дефлегматорами на ступенях, обеспечивающие частичную конденсацию поднимающихся паров и образование флегмы с заданной температурой. При таком конструктивном оформлении тепловые потоки в колоннах адиабатической и термической ректификации, при прочих равных условиях, примерно одинаковы. Поддержание оптимальных гидродинамических параметров на каждой ступени в колоннах термической ректификации, вследствие уменьшения расхода пара и рабочей жидкости по их высоте, может быть обеспечено меньшим количеством контактных устройств на ступени либо изменением их конструктивных параметров.

Одним из преимуществ термической ректификации является возможность создания установок с низким гидравлическим сопротивлением и сравнительно высокой эффективностью. При этом локальное воздействие на процессы испарения и конденсации на ступенях позволяет уменьшить время воздействия на продукт высокой температуры, снизить количество обрабатываемого продукта в зоне контакта, обеспечить разделение термолабильных и химически не стойких веществ. Преимуществом колонн термической ректификации, помимо их высокой эффективности, является снижение капитальных затрат, а также возможность регулирования хода процесса разделения потоком теплоносителя. В настоящее время для создания колонн с низким сопротивлением наметилась тенденция использования пленочных аппаратов и контактных ступеней, выполненных из профилированных пластин, а для создания производительных колонн - использование вихревых контактных ступеней. Для интенсификации массообмена на указанных ступенях предлагается применить термическую ректификацию.

Цель работы и основные задачи исследования: Целью работы явилась разработка ректификационных колонн и контактных ступеней на основе термической ректификации.

Для достижения цели сформулированы следующие задачи:

- 1) исследовать новый способ термической ректификации, заключающегося в конденсации паров на ступенях и исчерпывании из полученного конденсата легколетучего компонента до ввода его в основной поток стекающей флегмы, выявить влияние конструктивных и технологических параметров ступеней с низким и высоким массообменом на их эффективность;
- 2) разработать и апробировать колонны термической ректификации на основе данных полученных при исследовании контактных ступеней с низким и высоким массообменом для укрепления смеси этанол-вода, ацетон-вода;

3) разработать способы интенсификации процесса термической ректификации;

4) исследовать различные системы подвода теплоносителя во встроенные на ступенях дефлегматоры и предложить их конструкцию;

5) сравнить разработанные колонны термической ректификации с установками, работающими на основе адиабатной ректификации в технологиях переработки растительного сырья.

Научная новизна работы.

Впервые исследован новый способ проведения термической ректификации, позволяющий интенсифицировать процесс разделения и повысить общую эффективность ступени в 3–4 раза по сравнению с адиабатической ректификацией.

Представлены новые данные о влиянии испарения и конденсации на процесс разделения смесей, как на ступенях различной конструкции, так и в многоступенчатых колоннах.

Получены зависимости для расчета эффективности ступеней с низким и высоким массообменом при термической ректификации.

Установлены технологические и кинетические параметры процесса термической ректификации в пленочной колонне обеспечивающие наибольшую эффективность разделения.

Практическая значимость.

Разработаны высокоэффективные колонны термической ректификации с низким гидравлическим сопротивлением и высокой производительностью, на основе ступеней, выполненных из пластин, вихревых тарелок и пленочных устройств.

Предложен способ исчерпывания легколетучего компонента в колонне со стекающей пленкой на основе термической ректификации.

Получены патенты (Патент РФ № 2580727, 2569118) на теплообменные устройства, обеспечивающие интенсификацию теплообмена в колоннах термической ректификации.

Положения, выносимые на защиту.

В рамках специальности 05.21.03 – Технология и оборудование химической переработки биомассы дерева; химия древесины (п.17 – Оборудование, машины и аппараты и системы автоматизации химической технологии биомассы дерева) на защиту выносятся:

- Контактные ступени и колонны для проведения термической ректификации в технологиях переработки растительного сырья;
- Критериальные и графические зависимости для определения эффективности контактных ступеней в колоннах термической ректификации;
- Способы интенсификации процесса термической ректификации;
- Технико-экономические показатели разработанных колонн.

Работа выполнена на кафедре «Машины и аппараты промышленных технологий» ФБГОУ ВО «Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева», г. Красноярск

Автор благодарит своего руководителя – доктора технических наук, профессора кафедры «Машины и аппараты промышленных технологий (МАПТ)» СибГУ имени академика М. Ф. Решетнева, Войнова Николая Александровича за постоянную и неоценимую помощь в реализации работы.

ГЛАВА 1. АНАЛИЗ СПОСОБОВ И АППАРАТОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ПРИ РЕКТИФИКАЦИИ В ТЕХНОЛОГИЯХ ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ

1.1 Основы термической ректификации

Процесс разделения жидких смесей путем многократно повторяемых частичных испарений и конденсаций в противотоке пара и жидкости, при температуре кипения, общепринято называть ректификацией. Характерной особенностью ректификации – сложного физико-химического процесса, осуществляемого в колонных аппаратах, является взаимное наложение переноса количества движения, тепла и массы.

В основе ректификации лежит тепло - массообмен между потоками пара и жидкости, благодаря чему более летучий компонент переносится паром в направлении снизу вверх, а менее летучий компонент потоком жидкости – сверху вниз. Движущая сила процесса определяется фазовым равновесием системы жидкость - пар и материальным балансом.

Если в системе при ректификации не происходит потерь или приращения тепла или массы, то она называется адиабатной или адиабатической. При адиабатической ректификации процессы конденсации и испарения осуществляются одновременно. При неадиабатической ректификации процесс осуществляется так же, как и в случае адиабатической (при частичной конденсации или частичном испарении), но регулируется подводом тепла или массы в систему или отводом того или другого из системы.

Вывод системы из равновесия за счет подвода или отвода тепла, в условиях не адиабатичности, называется термической ректификацией.

Термическая ректификация может осуществляться путем проведения парциальной конденсации, либо путем изменения температуры потоков на

ступенях по высоте установки, например, за счет образования флегмы на ступенях, или за счет передачи потока тепла рабочей жидкостью.

Образование на ступени флегмы, за счет частичной конденсации поднимающихся паров, обуславливает эффект парциальной конденсации, а испарение полученной флегмы путем ее нагревания приводит к изменению температуры потоков на ступенях и, следовательно, к увеличению эффективности разделения.

Эффект от парциальной конденсации, заключается в том, что жидкость, образованная при частичной конденсации паровой фазы, обогащается высоко кипящим компонентом, а пар – низкокипящим. Колонны, работающие по этому методу, используют в испарительно-конденсационных схемах и в технологиях с повторным использованием тепла, по принципу многокорпусной ректификации, что дает возможность получить экономию энергозатрат [1], например, в лесохимической промышленности при ректификации таллового масла [2, 3].

При работе колонны в режиме конденсации, без массообмена и быстром отводе получаемого конденсата, в идеальных условиях, когда образующийся конденсат находится в равновесии с конденсирующимися парами, эффективность разделения предлагают рассчитывать по уравнению Рэлея [1]

$$\ln(U + 1) = \int_{C_{g1}}^{C_{g2}} \frac{dC_g}{(C_g - C_L)}, \quad (1.1)$$

где U – степень конденсации, равная отношению расхода образовавшегося конденсата к расходу несконденсировавшихся паров;

C_g, C_L – мольные концентрации легколетучего компонента в паре и жидкости.

Для идеальных смесей уравнение представляют в виде

$$\ln(U + 1) = 2,303 \cdot \alpha \cdot \lg(C_{g2}/C_{g1}) - (\alpha - 1) \cdot (C_{g2} - C_{g1}), \quad (1.2)$$

где α – относительная летучесть, равная отношению парциальных давлений в бинарной смеси.

В работе [2] для разделения многокомпонентных смесей получено уравнение в виде

$$\ln y_i = \ln(1 - e) \cdot \left(\frac{1}{\alpha_{i1}} - 1 \right) + \frac{1}{\alpha_{i1}} \cdot \ln \frac{y_1}{y_{1in}} + \ln y_{iin}, \quad (1.3)$$

где $e = L/G_{in}$ – степень конденсации;

L – расход конденсата;

G_{in} – расход пара, выходящего из куба;

y – содержание компонента в парах.

В. А. Герцовский [1] отмечает, что использование зависимости (1.1) не правомерно, поскольку его вывод основан на взаимоисключающих допущениях о равновесии составов и отсутствии диффузионного массопереноса в аппарате. Расчет по вышеуказанному уравнению дает завышенные значения разделительной способности парциальной ректификации, так как образующийся конденсат не находится в термодинамическом равновесии с парами и контактирует с ними, что приводит к возникновению массообмена.

В общем случае, процессы совместно протекающего тепломассообмена, включающие неадиабатическую ректификацию и парциальную конденсацию, описываются уравнениями переноса тепла, массы и энергии. При пренебрежении искажением профилей концентраций, под влиянием конденсирующегося потока и влиянием критерия Архимеда на массоотдачу, дифференциальное уравнение, описывающее тепломассообмен при неадиабатической ректификации, также можно представить в виде [1]

$$Nu = \varphi(Re, Sc, Re^m), \quad (1.4)$$

где Re – критерий Рейнольдса;

Sc – критерий Шмидта;

Re^m – аналог критерия Рейнольдса, отражающий величину поперечного потока при конденсации (или испарении);

φ – эмпирический коэффициент.

На основании обработки экспериментальных данных для расчета высоты единиц переноса, в случае парциальной конденсации на охлаждаемой поверхности труб, получены [1] зависимости в виде:

$$h_{g\,ter} = h_g(1 + Re_g^m)^{0,127}, \quad (1.5)$$

$$h_{L\,ter} = h_L(1 + 10^4 Re_L^m)^{-0,07}, \quad (1.6)$$

где h_g , h_L – высота единиц переноса, соответственно в газовой и жидкой фазе при адиабатической ректификации, м;

Re_g , Re_L – число Рейнольдса в паровой и жидкой фазе.

Согласно представленным уравнениям, парциальная конденсация снижает кинетику массообмена в паровой фазе и интенсифицирует ее в жидкой фазе.

Для оценки термической ректификации [4] в число Шервуда введен критерий интенсивности тепломассообмена, который пропорционален числу единиц переноса разделяемой смеси и разности температур кипения разделяемой смеси и теплоносителя

$$Sh = K Re^m Sc^n K_{mt}^p, \quad (1.7)$$

где $K_{mt} = c N^a / \Delta t^b$; K_{mt} – критерий интенсивности тепломассообмена;

N – число единиц переноса разделяемой смеси;

Δt – разность температур кипения разделяемой смеси и теплоносителя.

Указанное уравнение не апробировано и требует проверки и анализа.

В ряде случаев принимают, что термические эффекты на границе раздела фаз увеличивают локальную эффективность массопередачи. В этой связи, перенос легколетучего компонента в процессе ректификации рассматривают [5 – 10] как сумму диффузионного и термического потоков, что обычно представляют в виде

$$N = N_d + N_t \quad (1.8)$$

Величина диффузионного потока определяется согласно

$$N_d = K_d(y^* - y). \quad (1.9)$$

Для вычисления величины термического потока, вызываемого процессами испарения жидкости и конденсации пара, предложено несколько уравнений:

$$N_t = \frac{\alpha}{r} (y^* - x^*) \cdot (t_g - t_L), \quad (1.11)$$

где в качестве температурного градиента принимается разность температур в ядрах потоков жидкости и пара, или уравнение вида

$$N_t = \frac{\alpha}{r} (y^* - x_i) \cdot (t_i - t_L). \quad (1.12)$$

Исходя из последнего уравнения, количество тепла, расходуемое на испарение жидкости, определяется произведением коэффициента теплоотдачи в жидкой фазе на разность температур между ядром жидкой фазы и поверхностью раздела.

Однако из-за отсутствия данных о коэффициентах теплоотдачи, не удастся доказать достоверность предложенных моделей процесса ректификации.

В работе [5] предполагается, что в процессе пленочной ректификации конденсация пара и испарение жидкости могут происходить только из пограничных слоев, примыкающих к поверхности раздела, а выражение для термического потока записано в виде:

$$N_t = \frac{\alpha_L}{r} (y_i - x_i)(t_g - t_L) . \quad (1.13)$$

В этом случае связь между величиной коэффициента массопередачи и теплоотдачи при ректификации представлена как

$$K = K_d = \frac{\alpha_L}{r} \frac{(y_i - x_i)(t_g - t_L)}{y^* - y} . \quad (1.14)$$

Такая обработка позволяет устанавливать связь между коэффициентами массоотдачи при ректификации и коэффициентами массоотдачи при изотермической физической абсорбции, однако она недостаточно пригодна для осуществления конструирования ступеней термической ректификации.

В работе [8] представлена упрощенная модель массопередачи при ректификации, с учётом теплообмена между фазами, показано что вклад эффектов термической ректификации и массообмена носит суммарный характер.

Из анализа работ по термической ректификации следует, что для определения эффективности нет точного эквивалента теоретической тарелки как однозначного понятия. Однако для любого данного опыта и определенной колонны можно проводить вычисления числа теоретических тарелок по обычным уравнениям [11].

Рациональной единицей для однозначной оценки колонок термической ректификации можно назвать «тепловое число» [12], которое можно определить, как отношение количества тепла, приложенного к колонне и идущего на обогащение, к количеству тепла, приложенного к кубу и идущего на перегонку.

Заслуживает внимания подход для определения эффективности как относительной степени извлечения компонента на ступени, которая является кинетической характеристикой, и зависит от конструкции ступени,

технологических параметров процесса и представляет собой отношение количества извлеченного компонента к количеству этого компонента, поступившего на ступени [13].

Основываясь на анализе известных работ можно заключить, что реализация термической ректификации имеет ряд преимуществ:

Во-первых, преимуществом термической ректификации является возможность получения установок с низким давлением. Низкое давление позволяет увеличить скорость диффузии в паровой фазе, которая оказывает интенсифицирующее влияние на процесс избирательной частичной конденсации. Так как увеличение скорости диффузии позволяет легколетучему компоненту диффундировать от поверхности раздела против массового течения потока пара, движущегося по направлению к этой поверхности, это позволяет тяжелолетучему компоненту избирательно конденсироваться, в согласии с равновесными соотношениями для данной системы.

Во-вторых, при термической ректификации появляются дополнительные возможности активного управления установкой, так как воздействовать на процесс можно не только за счет массообмена, но и путем изменения теплообмена на ступенях.

Применение термической ректификации обуславливает создание новой технологии, по сравнению с традиционной адиабатической ректификацией. Появляются возможности регулирования процесса количеством и составом стекающей флегмы по высоте колонны.

В-третьих, при термической ректификации возможно использование небольшого количества жидкости в зоне ректификации, что приводит к высокой безопасности установок, быстрому выводу ректификационного процесса на необходимый уровень. Создание контролируемого диапазона температур на внутренних поверхностях колонн, малого времени контакта фаз обеспечивает повышение эксплуатационной надежности, в ряде случаев приводит к устранению условий отложения и загрязнений на внутренних

полостях колонн. Малое время нахождения жидкой фазы в зоне проведения ректификации дает возможность разделения веществ с ограниченной термической стойкостью.

В-четвертых, колоны термической ректификации отличаются небольшой высотой, легкостью монтажа и транспортировки.

1.2 Ректификация в технологиях переработки растительного сырья

Ректификационные установки широко применяются в технологических линиях химической переработки биомассы древесины [14 – 17].

Например, при очистке уксусной кислоты используются колонны, содержащие до 40 колпачковых тарелок. При флегмовом числе 10, скорость паров в установке составляет 0,6 м/с, а эффективность тарелок не превышает 0,5, что не эффективно.

В процессе переработки метанола-сырца при адиабатической ректификации хорошо отделяются от метанола лишь легколетучие примеси: ацетальдегид, метилформиат, метилацетат, фуран, ацетон и др. Соединения, входящие в состав метанола-сырца, образуют двойные, тройные и еще более сложные азеотропные смеси, что затрудняет отделение их от метанола и требует совершенствования способа ректификации, снижения гидравлического сопротивления установок, например, путем использования термической ректификации.

Процессы ректификации используются в технологиях разделения таллового масла [18 – 21]. Пары рассматриваемого вещества, например, такие как смоляные кислоты, имеют сравнительно высокую температуру плавления, их переохлаждение приводит к закупорке паровых ходов конденсатора кристаллами канифоли, а сравнительно высокая вязкость конденсирующихся веществ значительно снижает коэффициент теплопередачи. Получаемая канифоль легко окисляется кислородом воздуха, в этой связи [14], разделение таллового масла, особенно с высоким содержанием неомыляемых веществ,

путем адиабатной ректификации не позволяет получать высококачественную канифоль и жирные кислоты. Жирные кислоты полимеризуются и претерпевают другие превращения, образуя нелетучие продукты. Чтобы разложение компонентов таллового масла было невелико, температура в жидкости при его перегонке или ректификации не должна превышать 270 °С, для чего процесс следует вести при максимально возможном разрежении и низком контакте с кислородом, из-за возможного самовозгорания.

Известно получение концентрата пальмитиновой кислоты на установке парциальной конденсации [22– 23]. Производственные испытания показали, что применение системы парциальной конденсации позволяет увеличить выход и качество товарных жирных кислот и получить концентрат с содержанием пальмитиновой кислоты до 40 %.

Ректификацию терпенов, вследствие их термической неустойчивости, осуществляют под вакуумом [14]. Терпены являются хорошими переносчиками кислорода, поэтому возможно образование окислов на металлических поверхностях, особенно при высокой температуре ректификации. Для исключения возможных каталитических влияний, ректификацию ведут в вакууме (поскольку она проводится при более низких температурах). При этом особое внимание уделяют герметизации установок.

Скипидар и подвергаемые ректификации полупродукты камфорного производства представляют собой многокомпонентные смеси терпенов. В задачу ректификации обычно входит не полное разделение смеси на компоненты, а выделение из нее одного или двух технически чистых веществ [17]. Для уменьшения возможности разложения продуктов, ректификацию ведут при глубоком вакууме в колоннах непрерывного действия.

При ректификации пихтового масла, вследствие сравнительно небольшого объема производства и значительных колебаний его состава, ректификацию обычно осуществляют путем перегонки с паром, сублимацией, ректификацией и перекристаллизацией [24]. Наиболее эффективным путем очистки является ректификация, позволяющая получать камфору заданной

степени чистоты, поэтому требуются новые подходы и методы проведения ректификации, а также эффективные контактные ступени.

Предприятия, использующие скипидар для синтеза камфоры, применяют ректификацию на разных стадиях производства и требуют поиска новых технологических решений.

Ректификация также широко используется при восстановлении растворителей, используемых в экстракционных процессах в биотехнологии, лесохимических и целлюлозно-бумажных производствах. Например, при экстракции еловой хвои используются: бензин, диэтиловый эфир, ацетон, этанол, спирто-бензольная смесь. Липиды извлекаются смесью растворителей хлороформ – изопропанол в соотношении 1:2 по объему [25]. При анализе нейтральных липидов листвы тополей [25 – 29] использовались системы: гексан – диэтиловый эфир – уксусная кислота (85:15:1); петролейный эфир – диэтиловый эфир – уксусная кислота (80:20:1) и (70:30:1); гептан – бензол (9:1); хлороформ – метанол – вода (65:25:4); хлороформ – метанол – уксусная кислота – вода (25:15:4:2) и (40:25:3:7); хлороформ – метанол – 28 %-ый аммиак (65:25:5); хлороформ – ацетон – вода (15:30:1); хлороформ – ацетон – метанол – уксусная кислота – вода (6:8:2:2:1); хлороформ – метанол (1:1); хлороформ – метанол – соляная кислота (4:2:3).

При обработке древесной зелени пропан-бутановой смесью (1:1) экстрагируются часть липофильных соединений, эфирные масла, гликолипиды олеиновой, линолевой, линоленовой кислоты [30].

При ферментационном гидролизе фосфолипидов [31] применялись смеси: диэтиловый эфир – метанол (98:2) и хлороформ – метанол (1:1) и (2:1). В качестве элюентов использовались смеси растворителей: гексан – изопропанол (100:2); гексан – хлороформ – изопропанол (70:22:8); ацетонитрил – вода (50:50) и (80:13); метанол – 1 %-ая уксусная кислота (90:10) и (85:15).

Идентификация арахидовой кислоты и других жирных кислот проводилась с применением растворителей: гексан – эфир (7:3), гексан – эфир

– уксусная кислота (80:20:1), гексан – этилацетат – муравьиная кислота (15:9:2).

Наиболее часто в процессе экстракции растительного сырья используется смесь этанол – вода. Так экстрагирование коры березы [32, 33] осуществлялось смесью вода – этанол – NaOH. При выделении биологически активных веществ из древесной зелени хвойных, применялась смесь вода – этанол (от 4:1 до 1:15,5). Увеличение концентрации этилового спирта от 20 до 70 % приводит к росту выхода экстрактивных веществ (от 20,64 до 27,65 %).

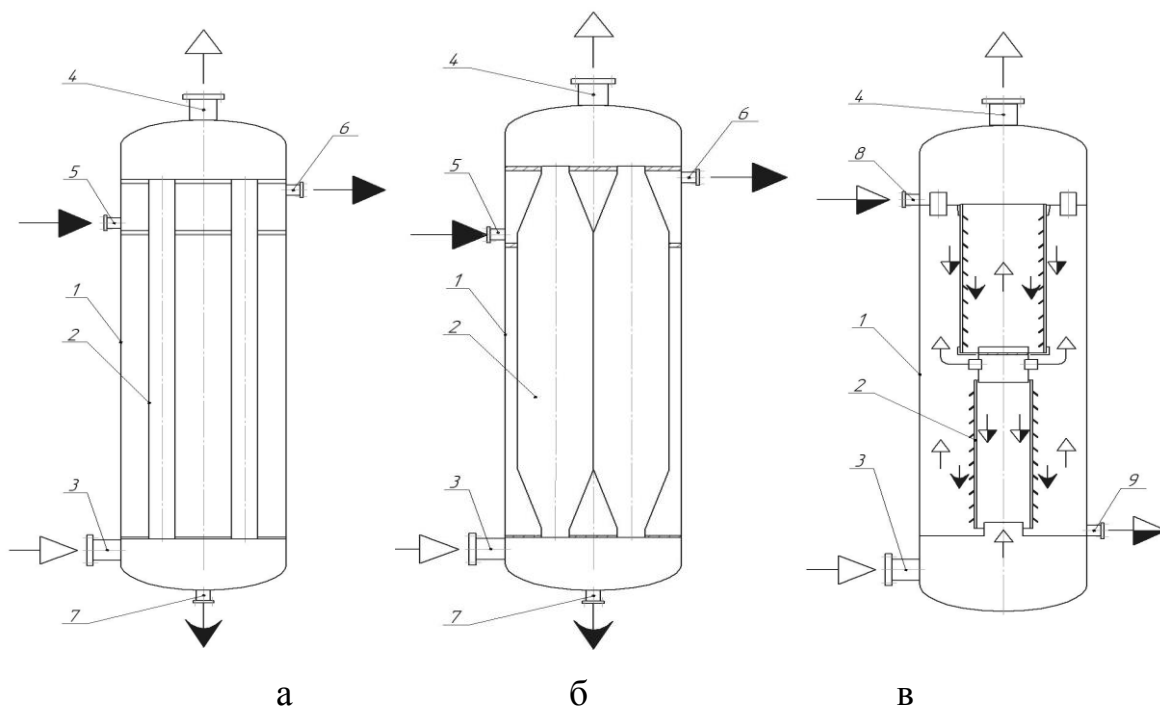
Для выделения полигидроксиалканатов из бактериальной биомассы [34, 35], выращиваемой на синтез-газе из отходов древесины, также применяется широкий спектр растворителей (хлороформ, хлористый метилен, гипохлорит натрия, дихлорэтан, тетрахлорэтан и диоксан), а для осаждения полимерных экстрактов пригодны изопропанол, этанол, гексан, тетрагидрофуран, диметилформамид. Таким образом, смеси растворителей, используемые при экстракции растительного сырья и выделении биологически активных веществ, являются многокомпонентными, зачастую азеотропными. Их восстановление требует применения специальных методов ректификации, эффективных контактных ступеней с низким гидравлическим сопротивлением и высокой разделяющей способностью.

В технологиях производства этанола [36 – 42] требуется совершенствование бражных колонн, улучшение качества очистки этилового спирта-сырца. Традиционные технологические схемы исчерпали свои возможности, требуются новые подходы и способы ректификации. В этой связи, для бражных колонн представляет интерес использование парциальной конденсации или ступеней на основе термической ректификации.

1.3 Анализ способов проведения термической ректификации

Для проведения термической ректификации известен способ парциальной ректификации, заключающийся в частичной конденсации

поднимающихся паров смеси на поверхности охлаждаемых труб пленочного аппарата [43 – 47]. В указанных установках (рисунок 1.1 а, б) совмещены процессы адиабатической и термической ректификации. Установлено, что для смесей, у которых сопротивление переноса сосредоточено между жидкой и паровой фазами, суммарно интенсификация процесса составила 10 – 15 %.



1 – корпус; 2 – труба; 3 – штуцер ввода пара; 4 – штуцер вывода пара; 5 – штуцер ввода охлаждающей жидкости; 6 – штуцер вывода охлаждающей жидкости; 7 – штуцер вывода конденсата; 8 – штуцер ввода рабочей смеси; 9 – штуцер вывода отработанной смеси; $\rightarrow$ - вода; $\rightarrow$ - пар; $\rightarrow$ - рабочая смесь; $\rightarrow$ - конденсат

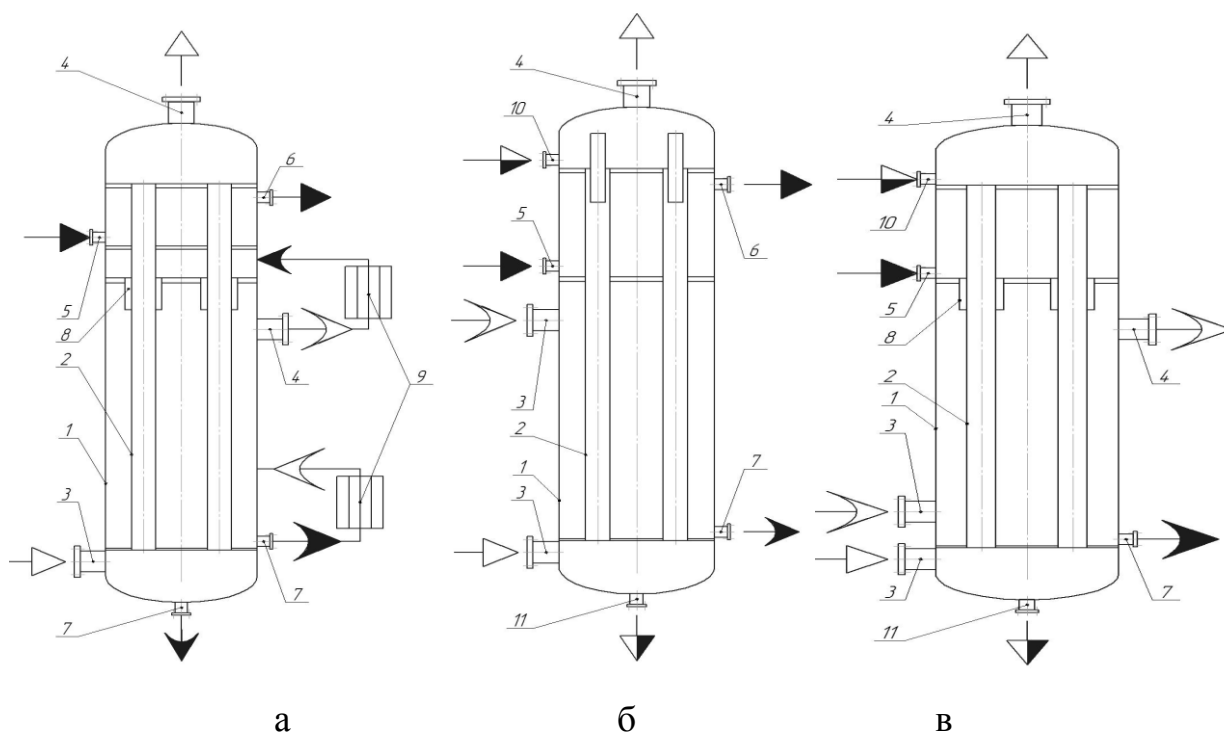
Рисунок 1.1 – Схемы установок парциальной конденсации

В устройстве, схема которого представлена на рисунке 1.1б, в теплообмене участвует только часть поверхности контактных устройств, что позволяет повысить коэффициент извлечения низкокипящего компонента, по сравнению с коэффициентами извлечения для известных конструкций.

Пленочные парциально-конденсационные колонны обладают значительными технологическими преимуществами, по сравнению с

однотипными колоннами, работающими в режиме адиабатической ректификации, а также позволяют снизить требования к теплоизоляции пленочных ректификационных колонн.

Известен способ [48, 49] (рисунок 1.1в) при котором термическая ректификация происходит за счет передачи тепла из паровой фракции с нижележащей ступени в поток жидкой фракции, стекающей с другой стороны перегородки с вышележащей ступени. При этом часть стекающей жидкости испаряется, обогащая паровую фракцию легколетучим компонентом. В результате многократных актов испарения (конденсации) происходит укрепление смеси.



1 – корпус; 2 – труба; 3 – штуцер ввода пара; 4 – штуцер вывода пара; 5 – штуцер ввода охлаждающей жидкости; 6 – штуцер вывода охлаждающей жидкости; 7 – штуцер вывода конденсата; 8 – распределитель; 9 – теплообменник; 10 – штуцер ввода рабочей смеси; 11 – штуцер вывода отработанной смеси; ➡ – вода; ➤ – пар; ➤ – рабочая смесь; ➤ – конденсат; ➤ – вторичный пар

Рисунок 1.2 – Схемы реализации способов термической ректификации

Известен способ ректификации многокомпонентных смесей [50 – 53], заключающийся в разделении смеси на тепломассообменной поверхности, при дополнительном подводе или отводе тепла, путем осуществления непрерывной ректификации на оборотной стороне тепломассообменной поверхности. При этом используют теплоноситель, который представляет собой дополнительную многокомпонентную смесь с температурой кипения, лежащей между температурой кипения чистой нижекипящей фракции разделяемой смеси и температурой кипения чистой вышекипящей фракции теплоносителя. Согласно данному способу, теплоноситель (рисунок 1.2а) циркулирует по замкнутому контуру. В этом случае, за счет контролируемого теплообмена создаются оптимальные условия для конденсации тяжело кипящего компонента и испарения легко кипящего компонента, что повышает эффективность разделения вещества на 15 – 30 %, по сравнению с традиционной адиабатической ректификацией. Дополнительный подвод теплового потока через стенку пленкообразующей поверхности интенсифицирует массообмен как в паровой, так и в жидкой фазе, обеспечивая увеличение эффективности процесса разделения, которая возрастает с уменьшением разности температур стекающей пленки и теплоносителя.

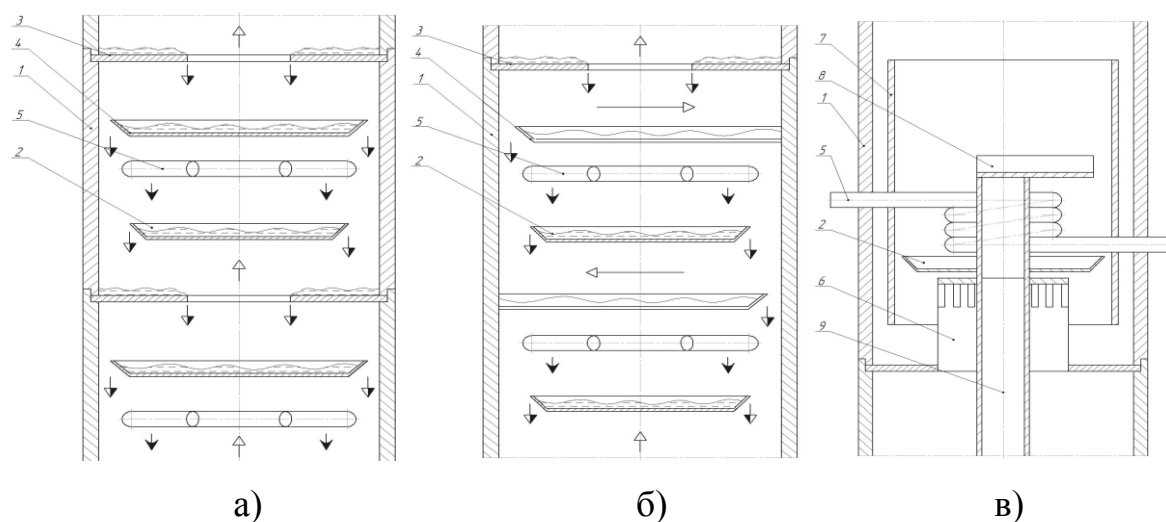
Известна равновесная перегонка смеси [44], заключающаяся в испарении определенной части жидкости при пониженном давлении в трубчатых аппаратах. Образующиеся при этом пары находятся в условиях близких к равновесию и отделяются от перегретой жидкости. Однако вследствие низкой производительности, указанный способ вряд ли найдет применение в производстве.

Известен способ разделения смеси жидкостей ректификацией [54], включающий противоточное взаимодействие стекающей жидкости с поднимающимся паром, образование пара путем испарения части стекающей в куб колонны жидкости, образование флегмы из пара путем фракционной его конденсации последовательно в нескольких дефлегматорах или секциях

одного дефлегматора, конденсации части пара, выходящего сверху колонны с образованием дистиллята, причем фракцию из последнего дефлегматора или из его последней секции (имеющую наибольшую концентрацию легколетучих компонентов) подают на орошение сверху колонны, а из каждого предыдущего направляют на более нижележащую тарелку в колонне. В этом случае для достижения эффективного разделения требуются большие поверхности теплообмена, что обуславливает большие капитальные затраты.

Наиболее перспективным способом проведения термической ректификации является способ ректификации, предложенный Войновым Н. А. [56 – 59], включающий противоточное взаимодействие стекающей жидкости с поднимающимся паром, образование пара за счет испарения стекающей по контактными ступеням в куб колонны флегмы, созданной из пара в дефлегматоре, а также получение дополнительной флегмы при конденсации части паров разделяемых компонентов по высоте колонны на охлаждаемой поверхности и отбор дистиллята. В ходе процесса ректификации, отношение температуры охлаждаемой поверхности к температуре конденсирующегося пара поддерживают равным 0,6 – 0,99, а дополнительную флегму до смешения со стекающей жидкостью подвергают частичному испарению с получением вторичного пара за счет конденсации поднимающегося пара, причем удельную тепловую нагрузку конденсирующегося пара на охлаждаемой поверхности поддерживают равной $10^2 - 10^5$ Вт/м². Схема реализации способа представленная на рисунке 1.3.

В данном способе не изучено влияние эффектов термической ректификации на эффективность ступени, конструктивно не отработаны контактные устройства и не выявлены технологические параметры ведения процесса в многоступенчатых колоннах.



1 – корпус; 2 – верхняя пластина; 3 – средняя пластина; 4 – нижняя пластина; 5 – дефлегматор; 6 – вихревая ступень; 7 – стакан; 8 – планка; 9 – переток; $\triangleleft$ – пар; $\blacktriangleright$ – рабочая смесь; $\rightarrow$ – конденсат

Рисунок 1.3 – Схемы реализации способа термической ректификации [55 – 58]

1.4 Анализ известных контактных ступеней и аппаратов

Схемы промышленных колонн, в которых реализован процесс термической ректификации [14, 24], представлены на рисунках 1.4 и 1.5.

В колоннах со встроенным дефлегматором, рисунок 1.4а, осуществляется конденсация паров смеси в верхней части установки, что обеспечивает заданный расход флегмы и укрепление паров дистиллята за счет эффекта, вызванного парциальной конденсацией [59, 60].

Однако переохлаждение конденсата, стекающего по поверхности дефлегматора, обуславливает накопление примесей в рабочей жидкости по высоте колонны.

Известны тарельчатые колонны со встроенными или выносными теплообменниками на ступени (рисунок 1.4б), применяемые для подогрева или охлаждения рабочей жидкости [14, 61, 62].

В колонне [14], рисунок 1.4в, осуществляется нагрев рабочей жидкости на поверхности змеевиков, выполняющих одновременно роль провальных тарелок.

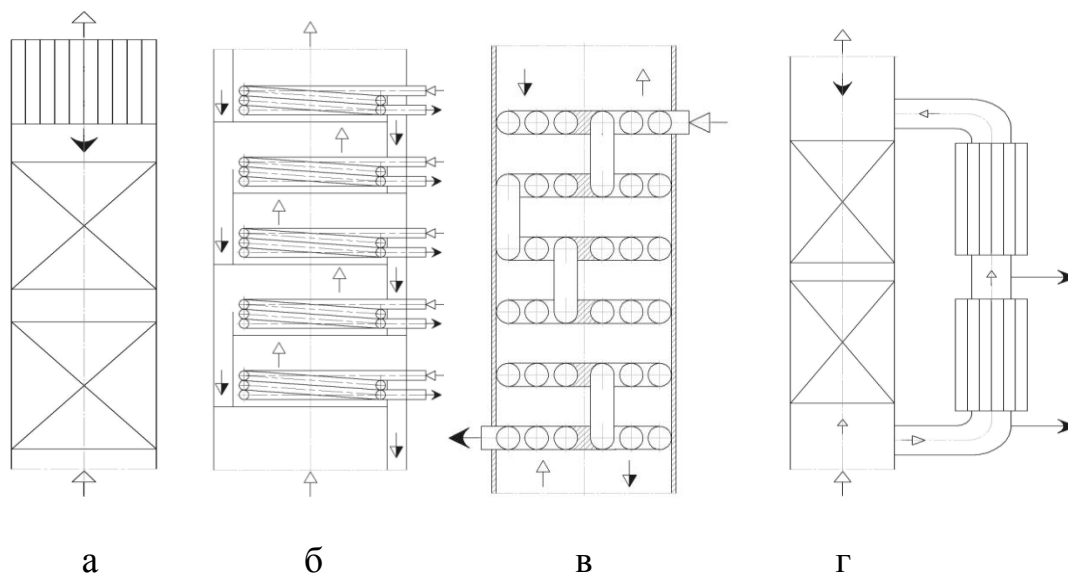
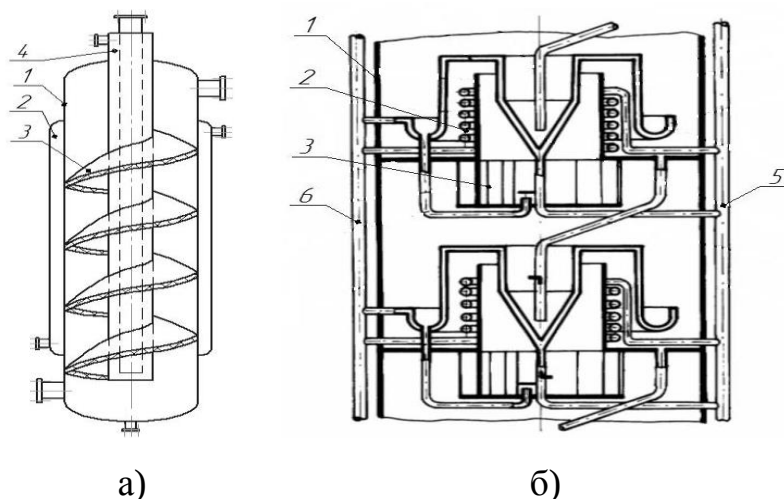


Рисунок 1.4 – Схемы аппаратов термической ректификации

Известны ректификационные установки пленочного типа [3], установленные на производствах Сегежского целлюлозно-бумажного комбината и Усть-Илимского лесопромышленного комплекса. Пленочные ректификационные колонны просты в конструктивном исполнении, обладают низким гидравлическим сопротивлением, небольшим временем пребывания обрабатываемого продукта в аппарате, позволяют значительно сократить застойные зоны и, тем самым, уменьшить накопление отложений в аппарате. Все это вызывает определенный интерес к их применению, например, в качестве исчерпывающих колонн в технологических линиях химической переработки биомассы древесины.

Известен патент на ректификационный аппарат [63], в котором, рисунок 1.5а, осуществляется частичная конденсация поднимающихся паров смеси и испарение полученного конденсата, стекающего отдельно от основного потока флегмы. Согласно [2] фирма «Даниел-Пенган» (Англия) серийно выпускает подобные установки с диаметром корпуса 0,25 и 0,45 м,

взаимодействие пара и жидкости в них осуществляется на поверхности жидкостной пленки, стекающей по поверхности спиралеобразной ленты. Гидравлическое сопротивление такой колонны составляет небольшую величину 45 Па.



1 – корпус; 2 – теплообменник; 3 – контактное устройство; 4 – конденсатор; 5 – подвод пара; 6 – отвод конденсата

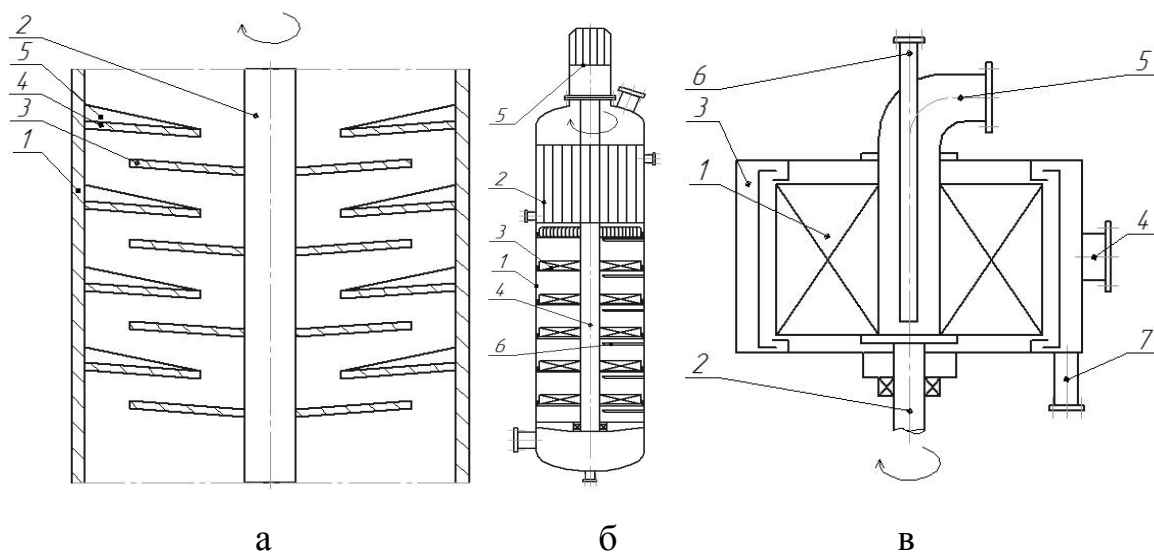
Рисунок 1.5 – Схемы колонн термической ректификации

На заводе лесохимических продуктов Братского ЛПК (г. Братск, Иркутская область), а также на Селенгинском целлюлозно-картонном комбинате (г. Селенга, республика Бурятия) установлены трехколонные схемы непрерывной ректификации сырого таллового масла, предварительно освобожденного от остатков влаги [64], производства Швеции. В колоннах установлены полочные тарелки в виде дисков или полукругов со срезанными сегментами. В них имеются круглые отверстия для прохода паров и щелевидные прорезы для слива жидкости. По периметру тарелки, а также по периметру паровых проходов, края тарелки загнуты вверх для предотвращения стекания жидкости через паровые проходы. Между круглым краем тарелки и обечайкой установлены уплотнительные трубки, а их расположение обеспечивают зигзагообразный путь прохождения паров в колонне. Остаточное давление вверху колонны составляет 0,3 – 0,7 кПа, а внизу – от 0,8 – 1,3 кПа (первая колонна) до 2 – 2,5 кПа. Несмотря на то, что

такие колонны имеют низкое сопротивление, их ступени малоэффективны, что приводит к росту габаритов колонны. Известен патент вихревой ступени [55] с подводом теплоносителя через стенку змеевика в рабочую жидкость (рисунок 1.5б), который явился прототипом [56 – 57] при создании способа ректификации.

Установки термической ректификации для проведения лабораторных исследований подробно описаны в работе [65], которая многократно цитируется в научной литературе, посвященной исследованию термической ректификации.

С целью интенсификации массообмена на пластинах (дисках, полках) осуществляют их вращение, например, в роторно-пленочных массообменных колоннах [1, 66]. На рисунке 1.6а, б показаны схемы ступеней с набором вращающихся и неподвижных дисков.



а) 1– корпус; 2 – вал; 3– вращающаяся пластина; 4– неподвижная пластина; 5 – перегородка; б) 1 – корпус; 2– дефлегматор; 3– контактная ступень; 4– вал; 5 – двигатель; 6 – переток; в) 1 – перфорированная корзина ротора; 2 – вращающийся вал; 3 – корпус для вывода флегмы; 4 – штуцер ввода газовой фазы; 5 – осевая труба для отвода газовой фракции; 6 – штуцер ввода жидкой фазы; 7 – штуцер для отвода жидкости

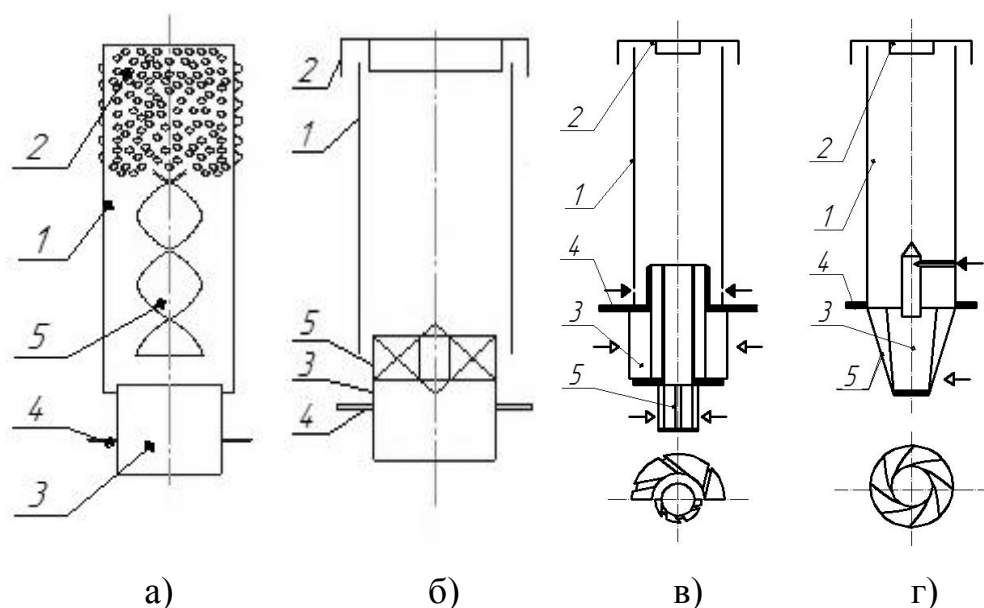
Рисунок 1.6 – Центробежные тепло-массообменные аппараты

Рабочая жидкость на вращающихся дисках приобретает пленочное течение и равномерное растекание по поверхности. Согласно [1], достигается высокая эффективность разделения, степень исчерпывания зависит от удельной нагрузки и числа оборотов дисков. На рисунке 1.6в показана схема центробежного тепло-массообменного аппарата [67], включающего корзину ротора, заполненную контактным элементом специальной конструкции, представляющим собой кольцевой пакет из нержавеющей сетки [68 – 74]. За счет вращения ротора возникает инерционная сила, способствующая интенсификации процесса.

Согласно проведенному анализу, при конструировании колонн термической ректификации с низким гидравлическим сопротивлением, наметилась тенденция использования ступеней, выполненных из пластин или дисков, а также насадок, обеспечивающих пленочное течение. Вследствие недостаточной изученности процессов, протекающих в данных устройствах и отсутствия рекомендаций для их конструирования, необходимы дополнительные исследования с целью их совершенствования.

Имея ряд неоспоримых преимуществ, колонны с низким сопротивлением имеют сравнительно небольшую производительность по пару. Для создания производительных колонн на основе термической ректификации, использование новых конструкций, модернизированных барботажных и насадочных аппаратов уже не обеспечивает существенного повышения удельной производительности, эффективности и технологической гибкости установок. В этой связи, наиболее перспективными контактными ступенями являются вихревые [75 – 82]. Вращение потоков способствует дроблению пузырьков газа на ступени и предотвращает капельный унос. Вихревые ректификационные колонны не уступают по своим массообменным параметрам установкам насадочного типа, однако более производительны, менее металлоемки и масштабируемы, а наложение на процесс массообмена эффектов, вызванных термической ректификацией, позволит существенно повысить их эффективность.

Наиболее производительными являются пленочные прямоточно-вихревые контактные устройства (ПВКУ). Благодаря интенсивному перемешиванию пленки жидкости и высокой скорости пара, эффективность таких устройств составляет 0,4 – 0,6, скорость по сечению колонны достигает 5 – 6 м/с. Ряд ректификационных колонн с ПВКУ внедрен в производство. Схемы прямоточно-вихревых контактных устройств показаны на рисунке 1.7 [83 – 85].



1 – контактная труба; 2 – дырчатый сепаратор; 3 – газовый патрубок;
4 – трубная решетка; 5 – ленточный завихритель

Рисунок 1.7 – Схемы ПВКУ

В настоящее время промышленное внедрение прошли вихревые аппараты с прямоточно-вихревыми контактными устройствами диаметром 30 – 400 мм, рисунок 1.7 а.

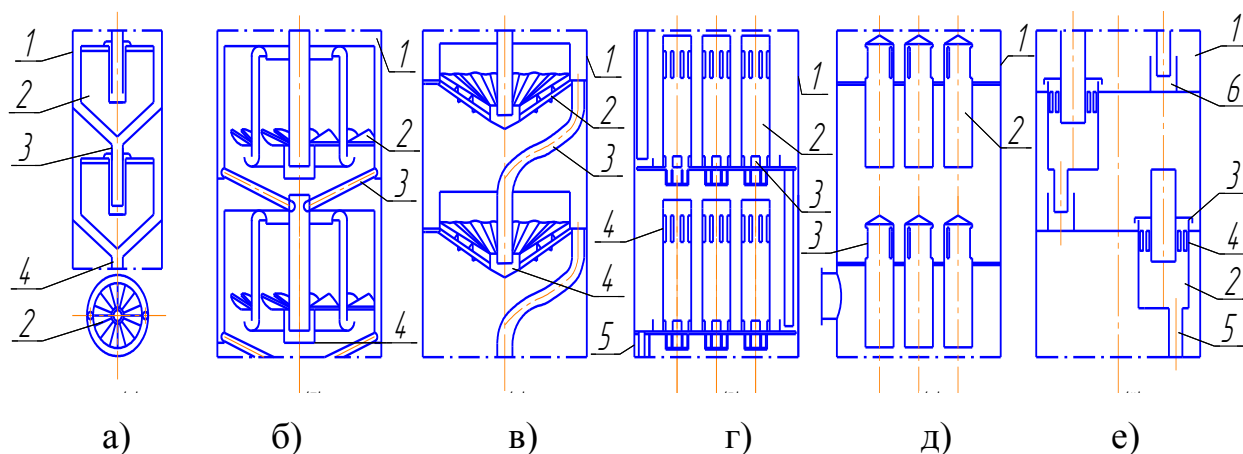
В секционированном аппарате с ПВКУ [86 – 87] диаметром 500 мм, достигнута скорость пара по сечению до 5,0 м/с, а высота, эквивалентная теоретической ступени, составила 0,34 м. Клапанно-центробежные устройства [88, 89], испытывались в многоступенчатой колонне в условиях газодифференциации при разделении этан-пропановой фракции.

Реконструкция позволила увеличить производительность колонны в 2,6 раза, при этом разделение смеси обеспечивалось при меньшем флегмовом числе.

Прямоточно-центробежные ступени элементного типа [90] были внедрены более чем в тридцати аппаратах, что обеспечило увеличение производительности, улучшение степени разделения, снижение потерь продуктов. Об испытании ступеней с вихревыми контактными устройствами в колонне регенерации трихлорэтилена сообщается в работе [91]. Замена насадки на ступени с вихревыми контактными устройствами дала возможность увеличить производительность колонны в три раза, с одновременным улучшением качества дистиллята. В работе [92] приведены результаты промышленных испытаний вихревого аппарата диаметром 1 м, с четырнадцатью ступенями и межступенчатым расстоянием 600 мм.

Основным преимуществом ректификационных колонн с ПВКУ является их высокая производительность, однако их большая металлоемкость и габариты не позволяют широко использовать их на практике.

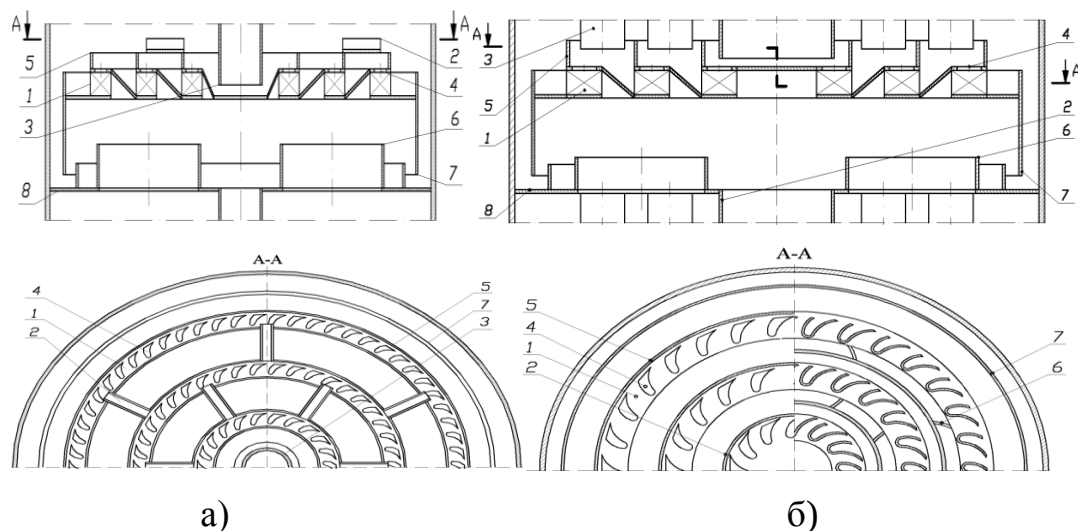
Несмотря на многообразие запатентованных вихревых контактных ступеней (рисунок 1.8), они требуют конструктивной доработки с целью снижения металлоемкости, уменьшения гидравлического сопротивления, достижения технологичности изготовления, что возможно осуществить только на базе всесторонних исследований гидродинамики и тепломассопереноса.



1 – корпус; 2 – завихритель; 3 - 5 – перегородки

Рисунок 1.8 – Схемы контактных ступеней [93 – 100]

Известны вихревые контактные ступени [101], рисунки 1.9 – 1.10, в которых уменьшены застойные зоны и созданы условия для устойчивой работы устройств в широком диапазоне изменения нагрузок по пару и жидкости.



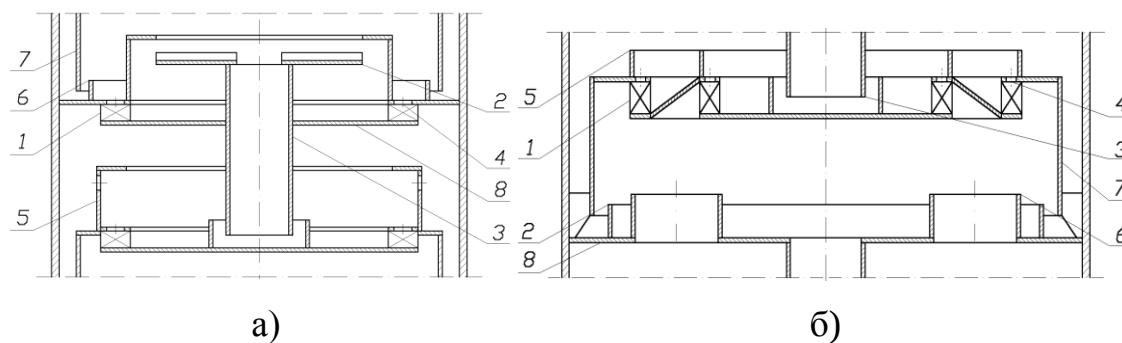
а) 1 – завихритель газа; 2 – переливные желоба; 3, 7 – переточное устройство; 4 – каналы для прохода жидкости в завихритель; 5 – кольцевые перегородки; 6 – патрубки для прохода пара (газа); 8 – промежуточная горизонтальная перегородка. б) 1 – завихритель газа; 2, 3, 7 – переточные устройства; 4 – каналы для ввода жидкости в завихритель; 5 – кольцевые перегородки; 6 – патрубки для прохода пара (газа); 8 – промежуточная горизонтальная перегородка.

Рисунок 1.9 – Схемы вихревых контактных ступеней однопоточной (а) и многопоточной (б)

Наличие переточных устройств 2, 3, 7, рисунок 1.9 б, позволяет равномерно распределить жидкость по сечению колонны, а размещение кольцевых перегородок 5 и каналов 4 для ввода жидкости в завихрители обеспечивает интенсивное перемешивание жидкости на ступени, устраняет ее подвисяние и унос потоком газа (пара). Перераспределение потоков жидкости на ступени происходит на промежуточной горизонтальной перегородке 8.

Схемы контактных ступеней, выполненные по принципу вихревой камеры, показаны на рисунке 1.10.

Использование той или иной конструкции требует тщательного анализа, расчета и оптимизации полученных данных, с учетом технологических и производственных факторов.



а) 1 – завихритель газа; 2 – переливные желоба; 3, 6, 7 – переточное устройство; 4 – каналы для прохода жидкости в завихритель; 5 – кольцевые перегородки; 8 – горизонтальная перегородка. б) 1 – завихритель газа, 2, 3, 7 – переточные устройства, 4 – каналы для ввода жидкости в завихритель, 5 – кольцевые перегородки, 6 – патрубки для прохода пара (газа), 8 – промежуточная горизонтальная перегородка.

Рисунок 1.10 – Схемы вихревых камер: однопоточной (а) и многопоточной (б)

На вихревой контактной ступени, представленной на рисунке 1.10а жидкость со ступени на ступень отводится через центральный переток при помощи переливных желобов [101], а в устройстве, показанном на рисунке 1.10б, при помощи распределительных перетоков. Первая конструкция наиболее предпочтительна для малотоннажных производств, вторая – для высокопроизводительных установок.

Известна конструкция вихревой ступени бражной колонны [102] для получения спирта сырца производительностью 80 м³/час. При адиабатной ректификации [103], эффективность вихревых контактных ступеней составила

0,5 – 0,75. С целью дальнейшей интенсификации процесса на рассмотренных вихревых ступенях целесообразно использовать термическую ректификацию.

1.5 Интенсификация теплосъема в дефлегматоре

При получении флегмы на ступенях при термической ректификации [55], необходимо осуществлять частичную конденсацию поднимающихся паров по высоте колонны, за счет подвода теплоносителя, подаваемого в конденсаторы (дефлегматор). Для обеспечения температуры образованной флегмы (конденсата), близкой к температуре поднимающихся паров смеси, необходим интенсивный теплосъем и небольшое время пребывания конденсата на поверхности дефлегматора.

При использовании в дефлегматорах однофазного потока, вследствие достижения низких значений коэффициента теплоотдачи [104] (не более 1000 Вт/м²К), не достигается интенсивный теплосъем.

В настоящее время, для интенсификации процесса теплоотдачи используется пленочное течение (нисходящий или восходящий прямоток) [105 – 106].

При пленочном течении, значения коэффициента теплоотдачи можно рассчитать согласно зависимости [105] в виде:

при $Re < 10000$

$$Nu = 0,004 \cdot Re^{0,39} \cdot Pr^{0,78}, \quad (1.15)$$

При $Re \geq 10000$

$$Nu = 0,009 \cdot Re^{0,3} \cdot Pr^{0,78}, \quad (1.16)$$

где $Nu = \alpha \theta / \lambda$ – число Нуссельта;

Re – число Рейнольдса пленки;

Pr – число Прандтля.

Величина коэффициента теплоотдачи в стекающей пленке теплоносителя при нагревании и охлаждении на порядок выше, чем в случае

использования однофазного потока.

Применение на пленкообразующей поверхности труб искусственной шероховатости позволяет интенсифицировать теплоотдачу в 1,7 раза [106].

Для расчета коэффициента теплоотдачи в пленке воды, стекающей по поверхности с искусственной шероховатостью, получена зависимость [105]

$$\alpha_r = 1,58 \cdot \alpha(h/h_{opt})^{-0,1}, \quad (1.17)$$

где α_r – коэффициент теплоотдачи в пленке, стекающей по поверхности с искусственной шероховатостью;

h_{opt} – высота выступа, при которой достигается максимальное значение коэффициента теплоотдачи.

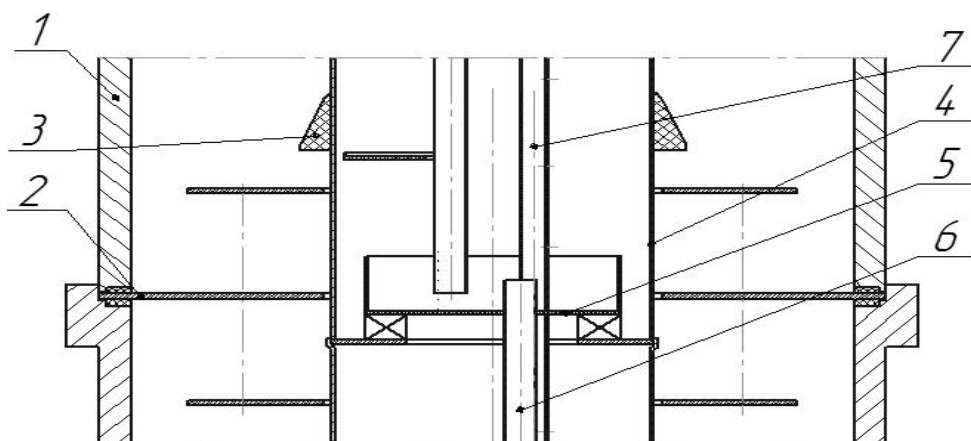
При сильных взаимодействиях, когда на процесс теплоотдачи оказывают влияние касательные напряжения на поверхности пленки, величина коэффициента теплоотдачи увеличивается до 2,7 раза, причем, с повышением высоты выступа шероховатости, интенсивность теплообмена возрастает, что говорит о положительном влиянии шероховатости на коэффициенты теплоотдачи α .

При восходящем пленочном течении, в случае нагревания и охлаждения, используется уравнение в виде:

$$Nu^* = 0,26 Re_g^{0,2} Re^{0,55} Pr^{0,4}, \quad (1.18)$$

где $Nu^* = \alpha\delta/\lambda$ – модифицированное число Нуссельта.

Наиболее интенсивный теплосъем на стенке дефлегматора колонны осуществляется при организации кипения теплоносителя во вращающемся слое [107 – 110]. Конструкция колонны с вихревым дефлегматором представлена на рисунке 1.11



1 – корпус; 2 – контактное устройство; 3 – прерыватель; 4 – дефлегматор;
5 – вихревая ступень; 6 – переток; 7 – подвод охлаждающей воды

Рисунок 1.11 – Схема колонны с вихревым дефлегматором

Интенсивность теплоотдачи при кипении во вращающемся слое возрастает от скорости газа в каналах вихревого контактного устройства и удельной тепловой нагрузки. Вращение газо-жидкостного слоя на теплопередающей поверхности при кипении позволяет на порядок увеличить величину коэффициента теплоотдачи.

Выводы по главе 1

1 Наиболее предпочтительным способом проведения термической ректификации является парциальная конденсация поднимающихся паров на ступени с получением конденсата и его дальнейшего испарения до ввода в основной поток флегмы.

2 Известные способы проведения термической ректификации, заключающиеся в создании флегмы на ступени, в основном реализованы на уровне лабораторных и патентных разработок. Достигнуто увеличение эффективности ступени на 10 – 15 %. Не выявлены конструктивные и технологические параметры, влияющие на эффективность разделения ступени. Отсутствуют зависимости для расчета эффективности.

3 Использование термической ректификации позволяет интенсифицировать процесс разделения изменением температуры и парциального давления,

вместо увеличения расхода пара и, тем самым, позволяет создать высокоэффективные установки с низким гидравлическим сопротивлением.

4 Не проведены исследования в многоступенчатых колоннах и не установлены технологические параметры, обеспечивающие наибольшую эффективность.

5 Для колонн с низким гидравлическим сопротивлением наиболее перспективно использовать ступени, выполненные из пластин или дисков, а для высокоскоростных колонн – вихревые ступени.

6 Интенсивный теплообмен в дефлегматоре наиболее эффективен при восходящем прямотоке или во вращающемся слое при кипении.

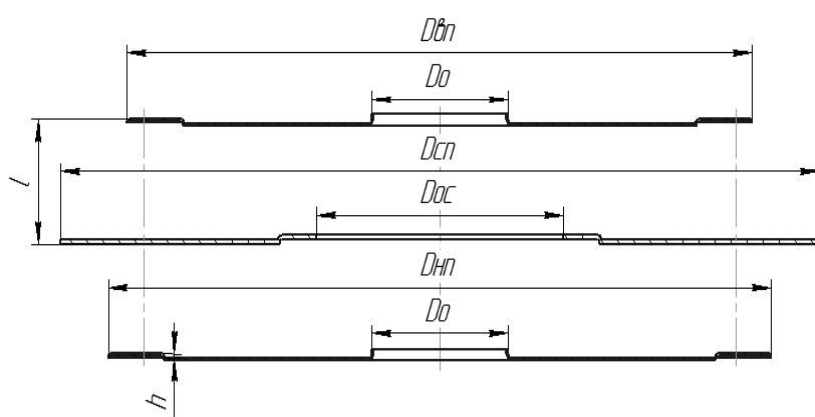
7 Интенсификация массообмена на пластинах ступени осуществляется их вращением либо организацией кипения.

8 Для реализации парциальной конденсации в инженерной практике наибольшее применение нашел процесс термической ректификации в аппаратах со стекающей пленкой, вследствие их низкого сопротивления и сравнительно высокой эффективности.

9 Отсутствует анализ и сравнение колонн и установок, реализующих термическую ректификацию.

ГЛАВА 2. МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Исследовались контактные ступени, изготовленные из медных (медь М1м) профилированных пластин (рисунок 2.1). Геометрические параметры: диаметр верхней пластины $D_{ВП} = 100 - 175$ мм, диаметр центрального отверстия $D_0 = 36$ мм, рабочая поверхность $S = 0,007 - 0,04$ м². Средняя пластина диаметром $D_{СП} = 200$ мм, диаметр отверстия $D_{ОС} = 65$ мм, поверхность испарения $S = 0,0201$ м². Нижняя пластина диаметром $D_{НП} = 175$ мм, $S = 0,0155$ м². Расстояние между пластинами изменялось $l = 3 - 30$ мм, высота отбортовки $h = 1$ мм.



а)



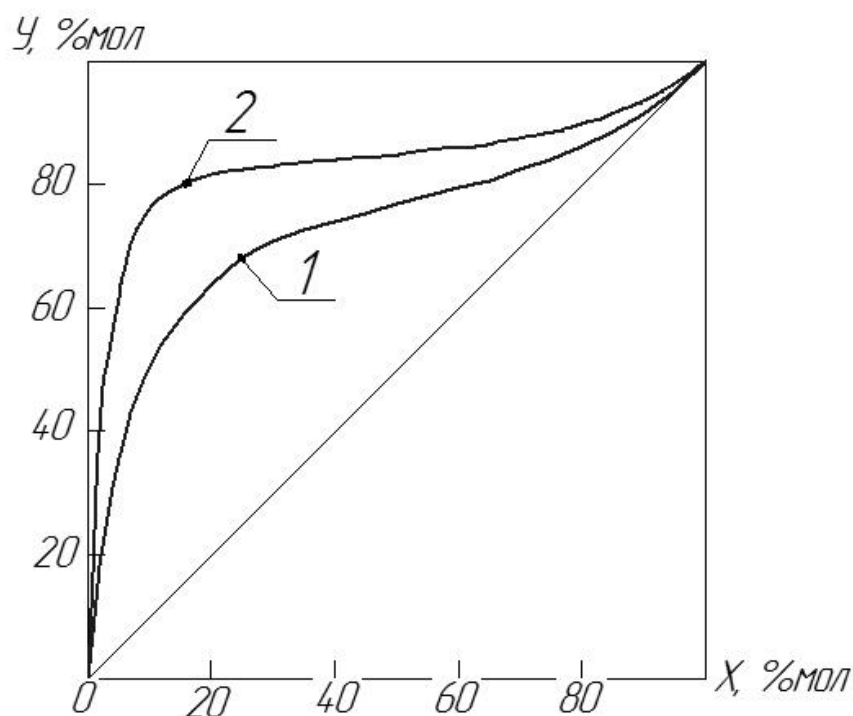
б)

а) схема ступени; б) общий вид ступени

Рисунок 2.1 – конструкция ступени, выполненной из пластин

Исследовалась смесь этиловый спирт-вода с начальной концентрацией этанола в кубе $0,5 - 75$ % мас, ацетон-вода с концентрацией в кубе $0,5 - 10$ % мас., и концентрат головной фракции, полученный при ректификации. Плотность жидкости составила $789 - 1000$ кг/м³, динамический коэффициент вязкости жидкости – $(0,7 - 1,35) \cdot 10^{-3}$ Па·с.

Диаграммы равновесия смесей представлены на рисунке 2.2. Относительная летучесть смеси составила от $10,5 - 1,6$, тангенс угла наклона равновесной линии (m) составил $9,8 - 0,5$.



1 – этанол-вода; 2 – ацетон-вода

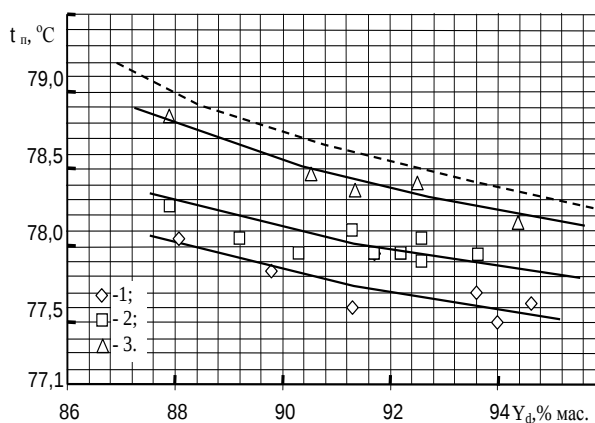
Рисунок 2.2 – диаграмма равновесия смеси [38]

Относительная летучесть рассчитывалась по формуле [111]

$$a = \frac{y \cdot (1 - x)}{x \cdot (1 - y)} \quad (2.1)$$

Состав представленных смесей определялся с использованием хроматомасспектрометра «Хроматек Кристалл-5000» (колонка – 30 м, 0.25 мм-D-HP-58), а также при помощи рефрактометра марки LR-3 Polskie Zaklady Optyczne, WKC Warszawa и стеклянного спиртометра ГОСТ 18481-81.

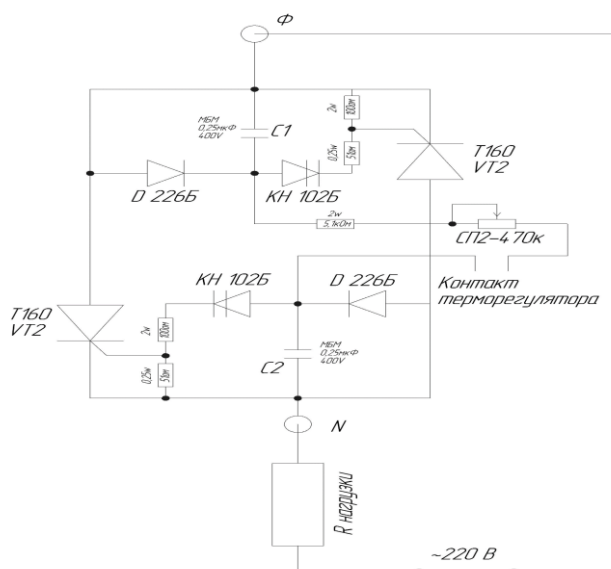
Концентрация этанола измерялась в паровой и жидкой фазах. Показания температуры определялись термометрами сопротивления марки ТСМв, при помощи вторичных приборов Термодат 11М2. В ходе исследований выявлено, что на показания термометра сопротивления при измерении температуры паров на верхней ступени колонны оказывает влияние скорость паров в зоне контакта, влияние которой становится не существенно при ее величине более 0,04 м/с (рисунок 2.3).



Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – скорость пара $u_{п} = 0,0025$ м/с; 2 – 0,015 м/с; 3 – 0,035 м/с. Пунктирная линия – согласно данным [38]

Рисунок 2.3 – Опытные показания температуры паров смеси на верхней ступени колонны термометром сопротивления в зависимости от концентрации этанола

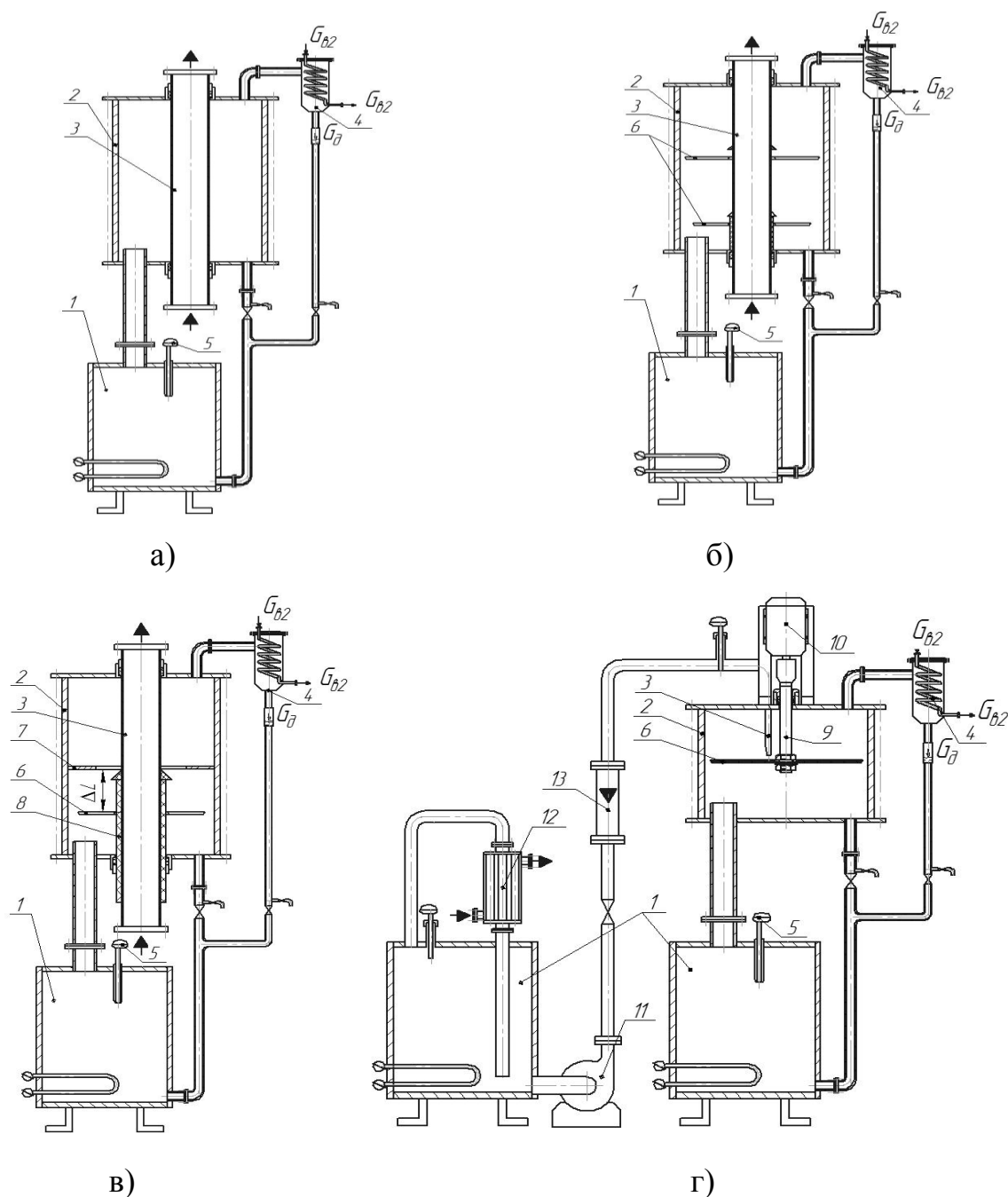
Тепловой поток выходящей из куба паровой смеси составил (1 – 3) кВт. Изменение теплового потока регулировалось изменением напряжения в сети питания ТЭН куба, с помощью регулятора напряжения, схема которого изображена на рисунке 2.4



$T160VT2$ – тиристор силовой ; $КН 102Б$ – динистор ; $D 226Б$ – диод; $C1$ – конденсатор ; $СП2-470к$ – резистор переменный

Рисунок 2.4 – Схема регулятора напряжения переменного тока

Исследования термической ректификации на ступенях проводились на разработанных стендах, представленных на рисунке 2.5.



а) исследование парциальной конденсации; б) исследование влияния испарения конденсата на пластинах; в) исследование влияния скорости пара; г) интенсификация процесса при вращении жидкости на пластинах: 1 – куб; 2 – корпус; 3 – дефлегматор; 4 – конденсатор; 5 – термометр; 6 – пластина; 7 – перегородка; 8 – толкатель; 9 – вал; 10 – электродвигатель; 11 – насос; 12 – теплообменник; 13 – ротаметр

Рисунок 2.5 – Стенды для исследования термической ректификации

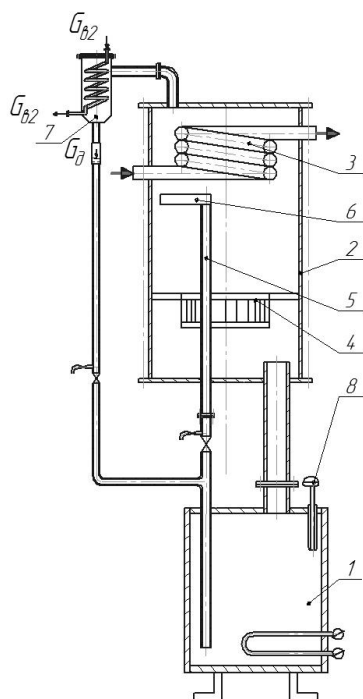
При исследовании эффектов, вызванных парциальной конденсацией (рисунок 2.5а), по оси ячейки устанавливалась труба (дефлегматор), изготовленная из меди, диаметром 28×1 мм и 12×1 мм и длиной $(0,07 - 2)$ м, с поверхностью теплообмена равной $0,0062 - 0,075 \text{ м}^2$, в полость которой подавалась охлаждающая вода (теплоноситель) с начальной температурой $(10 - 62) ^\circ\text{C}$. Наружная поверхность корпуса стенда теплоизолировалась. Влияние поверхности пластин на процесс укрепления смеси осуществлялся на стенде, представленном на рисунке 2.5 б.

Для исследования влияния скорости пара в радиальном направлении использовался стенд (рисунок 2.5в), снабженный толкателем 8, позволяющим перемещать пластины до требуемого зазора, который изменялся от 3 до 30 мм.

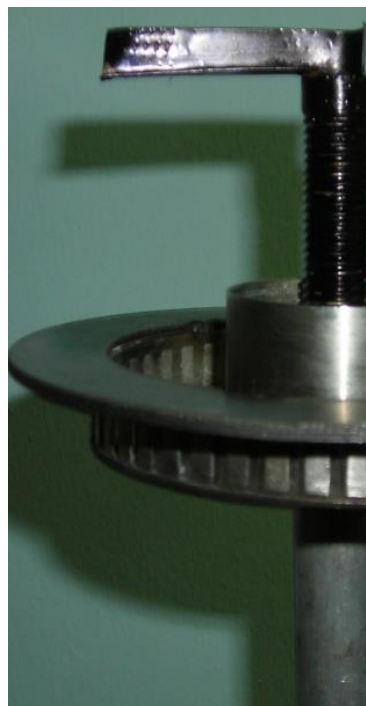
Интенсификация массообмена в жидкости при ректификации на вращающейся пластине осуществлялась на стенде (рисунок 2.5г). В этом случае, на пластину подавалась жидкостная смесь этанол-вода, с температурой, близкой к температуре кипения, расход которой регулировался ротаметром, при этом из куба подавался пар с концентрацией ЛЛК ниже, чем на пластине. Вращение пластины осуществлялось путем установки ее на вал электродвигателя коллекторного типа. Частота оборотов пластины составила $250 - 1300$ об/мин и измерялась видео съемкой вращающегося вала с меткой, фотоаппаратом Nikon D3100. Изменение частоты оборотов регулировалось реостатом.

В ходе исследований, проводились измерения расхода и концентрации легколетучего компонента в парах и жидкости на входе и выходе из системы.

Термические эффекты на ступенях с высоким массообменом изучались на стенде, рисунок 2.6 а.



а)



б)

1 – куб; 2 – корпус; 3 – дефлегматор; 4 – вихревая ступень; 5 – переток;
6 – скребок; 7 – конденсатор; 8 – термометр

Рисунок 2.6 – а) стенд с вихревой ступенью, б) вид ступени

В этом случае, ячейка состоит из дефлегматора в виде медного змеевика с поверхностью теплообмена $0,01 \text{ м}^2$, установленного над вихревой ступенью. Завихритель с 36 прямыми каналами шириной 2 мм, высотой 8 мм и длиной 3 мм. Конденсат падает на ступень и под действием центробежной силы вращается на стенке корпуса. Достигнув определенной высоты воронки, отработанный конденсат снимается скребком 6 и уходит в куб по перетоку 5.

Количество вводимого тепла в аппарат определялось из теплового баланса:

$$Q = Q_{\partial} + Q_{\kappa} + Q_n, \quad (2.2)$$

где Q_{∂} – тепловой поток, отнимаемый водой из дефлегматора, Вт;

Q_{κ} – тепловой поток, отнимаемый водой конденсатора, Вт;

Q_n – потери, (10 % от $Q_d + Q_{\kappa}$)

$$Q_K = G_{\kappa} \cdot c \cdot (t_{\kappa} - t_n), \quad (2.3)$$

$$Q_d = G_d \cdot c \cdot (t_k - t_n), \quad (2.4)$$

где G_k , G_d – расход воды, подаваемой в конденсатор и дефлегматор, соответственно, кг/с;

c – теплоемкость воды, Дж/(кг·°C);

t_n , t_k – температура воды на входе и выходе, соответственно, °C.

Расход паров смеси (G_n , м³/с) определялся по формуле:

$$G_n = \frac{Q}{r \cdot \rho_n}, \quad (2.5)$$

где r – удельная теплота парообразования смеси, кДж/(кг·°K);

ρ_n – плотность паров, кг/м³.

Теплота парообразования смеси определялась [38]:

$$r = r_g \cdot (1 - x) + r_c \cdot x, \quad (2.6)$$

где r_g , r_c – теплота парообразования воды и легколетучего компонента (ЛЛК), соответственно, кДж/кг;

x – концентрация легколетучего (ЛЛК) компонента, % мас.

Плотность жидкости:

$$\frac{1}{\rho_{см}} = \frac{x}{\rho_c} + \frac{1-x}{\rho_g}, \quad (2.7)$$

где ρ_c , ρ_g – плотности ЛЛК и воды, соответственно, кг/м³; x – массовая доля ЛЛК.

Плотность паров рассчитывалась по зависимости:

$$\rho_n = y_1 \cdot \rho_1 + y_2 \cdot \rho_2, \quad (2.8)$$

где y_1 , y_2 – массовые доли компонентов в паре; ρ_1 , ρ_2 – плотность компонентов, кг/м³.

Общее число единиц переноса определялось по общеизвестной зависимости [111]:

$$N_{oy} = \int_{y_n}^{y_k} \frac{dy}{y^* - y}, \quad (2.9)$$

где y_n, y_k – концентрации ЛЛК в паре до и после контактного устройства, % мас.;

y^* – равновесная концентрация ЛЛК в паре, % мас.

Эффективность контактной смеси определялась по формуле Мерффи:

$$E_y = \frac{y_k - y_n}{y^* - y_n}, \quad (2.10)$$

Флегмовое число определялось как:

$$R = \frac{(G_{\Pi} - G_D)}{G_D}, \quad (2.11)$$

где G_D – расход дистиллята, кг/с.

Количество теоретических тарелок определялось по диаграмме равновесия, а также [40].

Измерение гидравлического сопротивления ступени проводилось чашечным манометром марки МЧ-3.

Величина коэффициента теплоотдачи при конденсации пара на поверхности дефлегматора рассчитывалась согласно (1.17)

Расход воды, подаваемой в установку, измерялся ротаметрами типа РС – 5 и РС – 3.

Радиальная скорость паров между пластинами рассчитывалась согласно зависимости

$$U_n = G_n / (\pi D \vartheta), \quad (2.12)$$

где G_n – расход пара, кг/с;

D – диаметр царги, мм;

ϑ – расстояние между пластинами.

Общая эффективность ступени выражалась как отношение числа теоретических к числу действительных ступеней в исследуемой колонне, согласно [38]

$$E = N_T / N_D, \quad (2.13)$$

где N_T – число теоретических ступеней колонны, шт;

N_D – число действительных ступеней колонны, шт.

Количество конденсата

$$L_K = Q_o / r. \quad (2.14)$$

Плотность орошения конденсата

$$L_{OK} = L_K / n S, \quad (2.15)$$

где n – количество пластин, шт.

Количество воды, сконденсировавшейся в процессе конденсации на поверхности дефлегматора рассчитывалось согласно

$$L_B = L_K (1 - X_K) - L_K (1 - Y_H), \quad (2.16)$$

а ее удельный расход определялся как

$$l_B = L_B / S_{\text{деф}}, \quad (2.17)$$

где $S_{\text{деф}}$ – площадь дефлегматора.

Величина коэффициента массоотдачи опытным путем определялась на примере абсорбции водой кислорода из воздуха. Расход обескислороженной воды, с начальной концентрацией в ней кислорода $C_0 = 0,15 \cdot 10^{-3}$ кг/м³, составил от 0,01 до 0,2 м³/ч, диаметр контактной ступени – $D = 0,175$ м.

Эффективность ступени при физической абсорбции определялась по зависимости:

$$E = \frac{C_K - C_H}{C^* - C_H}. \quad (2.18)$$

где C_H, C_K – концентрация газа в жидкости на входе и выходе со ступени, кг/м³;

C^* – равновесная концентрация газа, кг/м³.

Концентрация кислорода в воде определялась датчиком полярографического типа TLENOMIERZ.

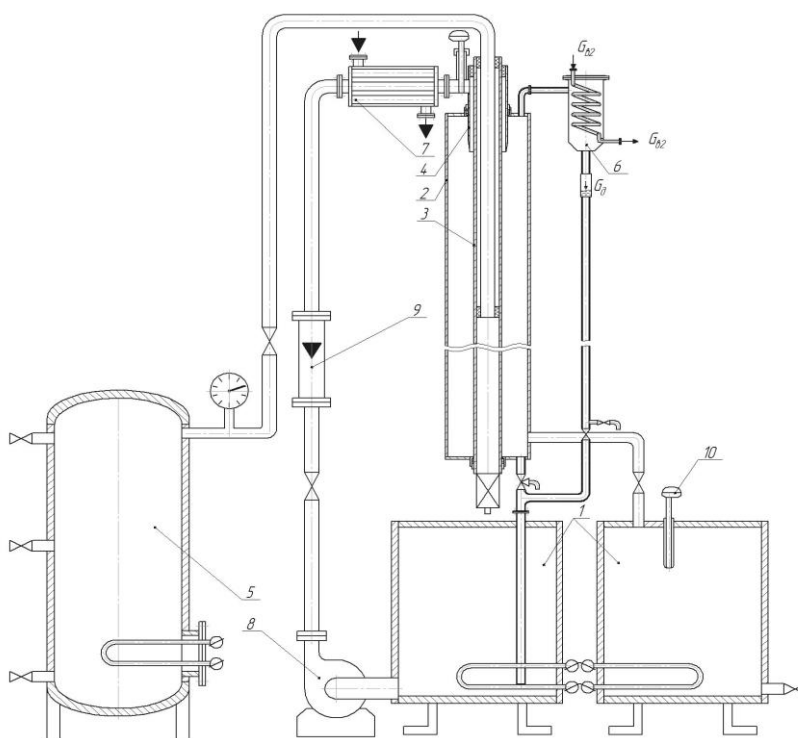
Процесс ректификации смесей осуществлялся в колонне, состоящей из 24 контактных ступеней, выполненных из медных пластин, царги из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, диаметром 190 мм и высотой 70 мм, общая высота колонны 1,8 м. Кубовая часть состояла из емкости 0,1 м³, была снабжена рубашкой и электронагревателями мощностью до 20 кВт. Расход подаваемой воды в дефлегматор составил 0,04 – 0,1 м³/час при ее начальной температуре 10 – 60 °С. Дефлегматор в виде медной трубы диаметром 28×1 мм, закрепленной по оси колонны, конденсатора, вентилятора производительностью по воздуху 0,027 м³/с, кожухотрубчатого теплообменника.

Измерялась температура пара на входе и выходе из колонны, температура жидкости на выходе, температура воды в дефлегматоре на входе и выходе. Отбор проб проводился с 5, 12, 17, 24 ступеней.

Так же исследовалась колонна со встроенными змеевиками (дефлегматоры). Поверхность змеевика на каждой ступени составила 0,0133 м², что обеспечило расход конденсата равный 1 – 6 кг/ч.

Колонна с вращающимися нижними пластинами состояла из 10 ступеней, выполненных из пластин диаметром 175 мм, которые вращались с частотой до 900 об/мин.

Изучение процесса термической ректификации проводилось в пленочном аппарате со стекающей пленкой, рисунок 2.7.



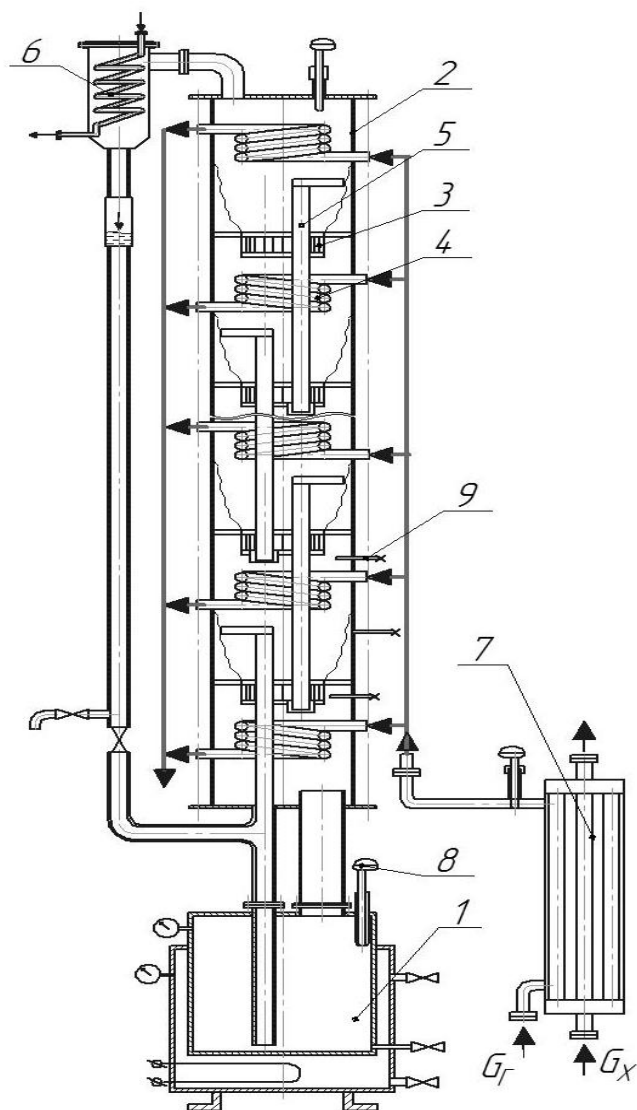
1 – куб; 2 – корпус; 3 – теплообменная труба; 4 – распределитель;
 5 – парогенератор; 6 – конденсатор; 7 – теплообменник; 8 – насос;
 9 – ротаметр; 10 – термометр

Рисунок 2.7 – Пленочная ректификационная установка

Установка состоит из медной теплообменной трубы $d=12 \times 1$ мм (с распределителем жидкости), установленной в корпус, высотой 2 м, куба со смесью этанол-вода с ТЭНом мощностью 0 – 3 кВт, куба с водой и парогенератора, снабженных ТЭНами мощностью 5 – 10 кВт. Линия подачи спиртовой смеси в колонну снабжена центробежным насосом и теплообменником, так же снабжена конденсатором для дистиллята и ротаметром.

Изучение термической ректификации на вихревых ступенях проводилось на установке, состоящей из 22 вихревых контактных ступеней (царги диаметром 110 и высотой равной 100 мм), снабженных рубашками. Общая высота колонны составила 2,3 м. Кубовая часть состояла из емкости 0,1 м³, была снабжена рубашкой и электронагревателями мощностью до 20 кВт.

Расход подаваемой воды в дефлегматоры составил $0,04 - 0,1 \text{ м}^3/\text{ч}$, при ее начальной температуре $10 - 60 \text{ }^\circ\text{C}$. Дефлегматор в виде медных змеевиков из трубки диаметром $10 \times 1 \text{ мм}$, с поверхностью теплообмена $0,01 \text{ м}^2$, закрепленных над каждой ступенью, конденсатора, кожухотрубчатого теплообменника.



1 – куб; 2 – корпус; 3 – вихревая ступень; 4 – дефлегматор; 5 – переток;
6 – конденсатор; 7 – теплообменник; 8 – термометр; 9 – пробоотборник

Рисунок 2.8 – Вихревая ректификационная установка

Математическая обработка полученных экспериментальных данных проводилась методом наименьших квадратов [124] с помощью пакета

MathCAD. Таким образом, функция аппроксимации – уравнение регрессии, которое выглядит следующим образом:

$$y(a, x) := a_0 \cdot x_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + a_3 \cdot x_3 + a_4 \cdot x_4 + a_5 \cdot x_5 \quad (2.19)$$

$$\text{где: } x_0 = 1; x_1 = z_2; x_2 = z_2^2; x_3 = z_1; x_4 = z_1 \cdot z_2; x_5 = z_1 \cdot z_2^2$$

z_1 – расход конденсата, кг/с;

z_2 – концентрация этанола в конденсате, % мас.

Для проверки надежности полученной математической модели воспользовались критерием Фишера [125] для проведенного числа опытов n , при избранной доверительной вероятности $\alpha = 0,95$.

Определялись средние значения результатов. Затем рассчитывались отклонения от среднего значения для каждого результата. Вычислялась дисперсия, осуществлялось вычисление стандартного отклонения отдельного результата и стандартного отклонения среднего результата. Рассчитывалась ошибка полученного среднего результата (степень адекватности). Устанавливался интервал, в котором с доверительной вероятностью α находится средний результат. Затем рассчитывалась относительная ошибка. Полученные результаты проверялись на наличие грубых ошибок. После исключения грубых ошибок производилась повторная обработка, до тех пор пока дисперсия не составила 0,05 – 0,1.

Выводы по главе 2

На основании анализа известных методических и лабораторных подходов разработаны экспериментальные стенды, контактные ступени, многоступенчатые ректификационные колонны, а также представлены зависимости для обработки экспериментальных данных.

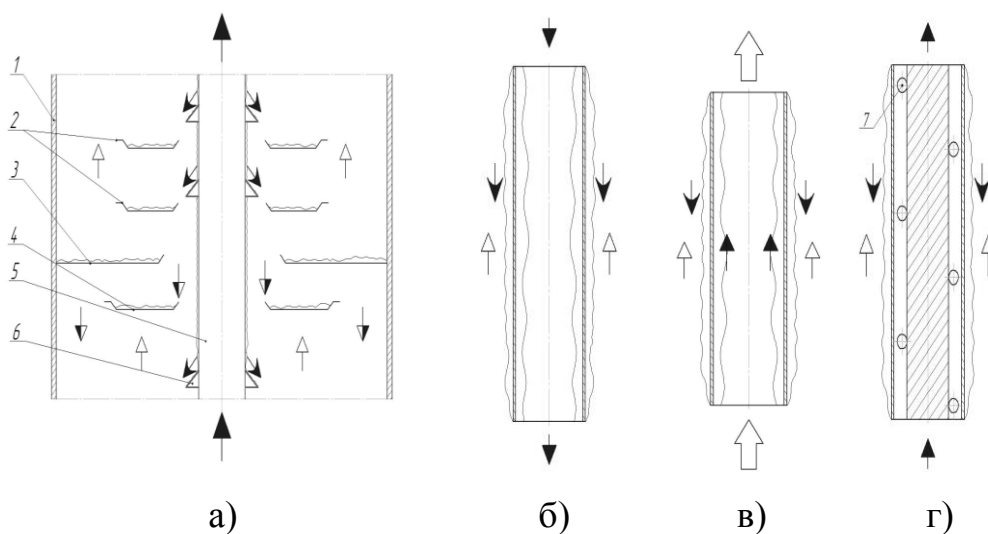
ГЛАВА 3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

3.1 Исследование термической ректификации на ступенях с низким массообменном, выполненных из пластин

Одним из преимуществ промышленного применения термической ректификации является возможность создания установок с низким гидравлическим сопротивлением и сравнительно высокой эффективностью, за счет использования эффектов парциальной конденсации поднимающихся паров и испарения флегмы на контактных устройствах ступени [56].

В этой связи, в работе исследованы контактные ступени, выполненные из профилированных пластин (рисунок 2.1), обладающие низким сопротивлением.

Схемы потоков на ступени представлены на рисунке 3.1

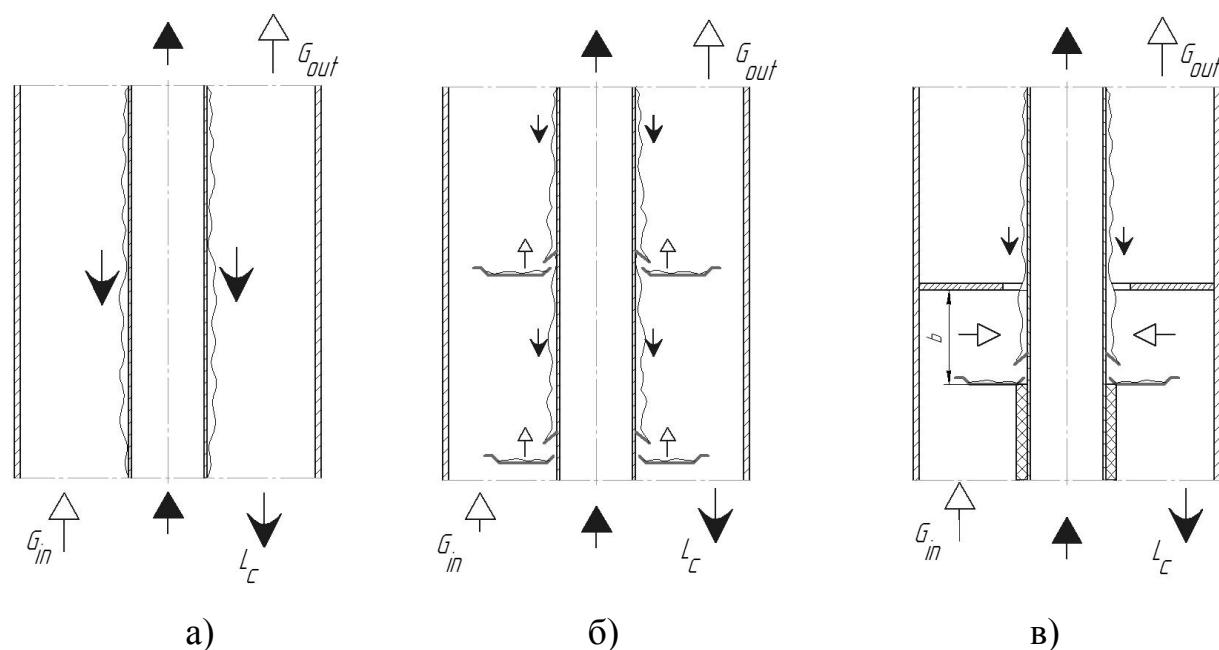


1 – корпус; 2 – верхние пластины; 3 – средняя пластина; 4 – нижняя пластина; 5 – труба дефлегматора; 6 – распределитель; 7 – винтовая шероховатость → – вода; → – пар; → – рабочая смесь; → – конденсат; → – воздух.

Рисунок 3.1 – Схемы контактной ступени (а), подачи теплоносителя в дефлегматор (б-г)

Как показано на рисунке 3.1, поднимающиеся пары смеси на ступени частично конденсируются на наружной поверхности дефлегматора 5, с образованием конденсата, который стекает по распределителям 6 на верхние пластины 2, где подогревается до температуры кипения поднимающимися по колонне парами смеси, с последующим их испарением.

Процесс конденсации паров и испарения конденсата на теплопередающей поверхности исследовался также на отдельных стендах (рисунок 2.5). Схемы потоков представлены на рисунке 3.2.



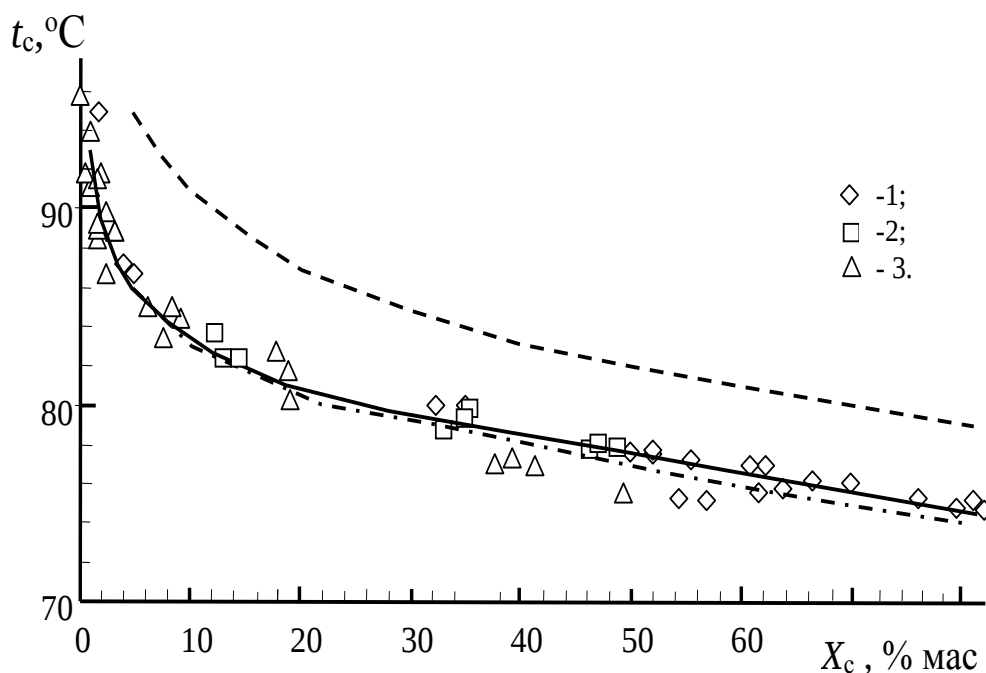
—▶ — вода; —▷ — пар; —▷ — рабочая смесь; —▷ — конденсат;

▷ — воздух.

Рисунок 3.2 – Схемы потоков в исследуемых ячейках

Температура конденсата на ступени. При термической ректификации определяющее влияние на процесс разделения оказывает температура конденсата.

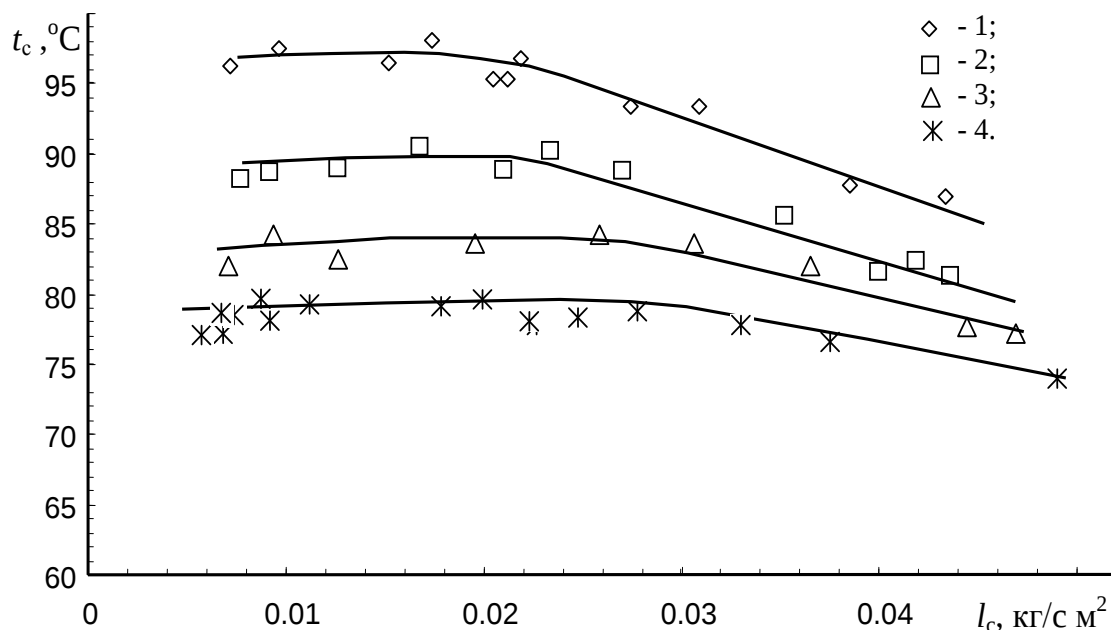
Согласно экспериментальным данным, представленным на рисунке 3.3, при длине дефлегматора на ступени 70 – 140 мм и расходе конденсата 2 – 6 кг/ч, температура конденсата на поверхности дефлегматора оказалась на 5 – 8 °С ниже его температуры кипения.



Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – $t_{win}=6$ °C; 2 – $t_{win}=16$ °C; 3 – $t_{win}=60$ °C. Пунктирная линия – температура кипения смеси [112]; штрих-пунктирная линия – экспериментальные данные при $H_{defl} = 70$ мм

Рисунок 3.3 – Зависимость температуры конденсата, образованного на поверхности дефлегматора, от концентрации этанола в нем при $H_{defl} = 140$ мм

Переохлаждение конденсата не позволяет испарить из него необходимое количество легколетучего компонента, что приводит к возврату излишней части легколетучего компонента с потоком флегмы в куб колонны. Установка дополнительных пластин на ступени (рисунок 3.2б) позволила [113 – 117] повысить температуру конденсата за счет теплового потока поднимающихся паров смеси. Согласно экспериментальным данным, рисунок 3.4, при плотности орошения конденсата на верхних пластинах менее $0,02 - 0,03$ кг/(м²·с), конденсат прогревается до температуры кипения.



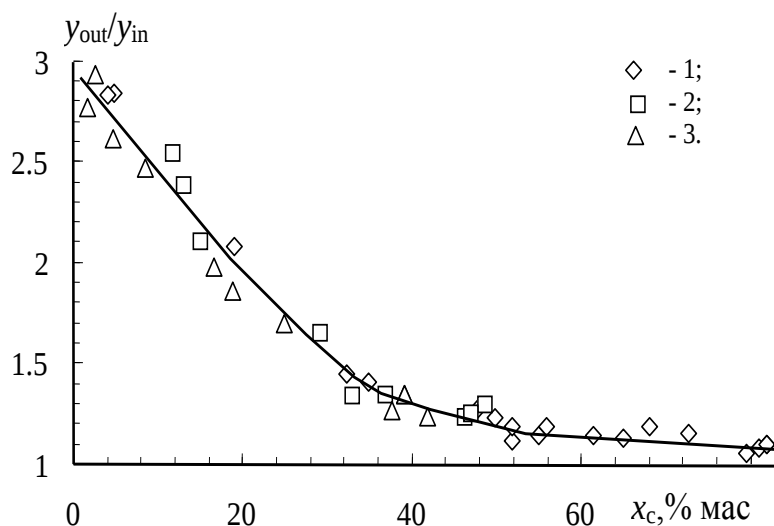
Экспериментальные точки (1-4): 1 – $x_c = 3\%$ мас.; 2 – $x_c = 11\%$ мас.; 3 – $x_c = 40\%$ мас.; 4 – $x_c = 75\%$ мас.

Рисунок 3.4 – Изменение температуры конденсата от плотности орошения

Укрепление паров при парциальной конденсации на поверхности дефлегматора. Схема потоков при укреплении паров в ячейке представлена на рисунке 3.2а.

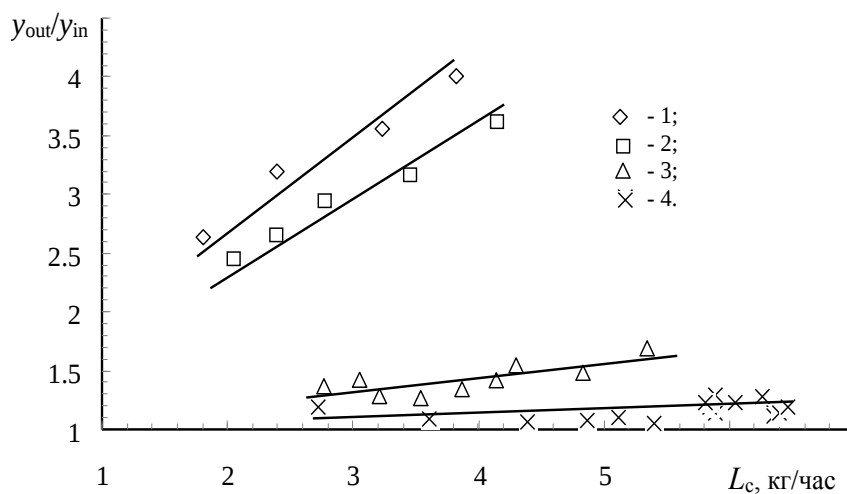
Как установлено, осуществление парциальной конденсации поднимающихся паров на поверхности дефлегматора приводит к росту концентрации этанола в парах, рисунок 3.5. Причем увеличение концентрации легколетучего компонента в поднимающихся парах происходит с уменьшением концентрации этанола в конденсате и повышением расхода конденсата, рисунок 3.6.

Так как температура конденсата для данных, представленных на рисунках 3.5 и 3.6, имела меньшую величину, по сравнению с температурой его кипения, можно предположить, что интенсивного испарения с поверхности конденсата не происходило, а укрепление паров на ступени осуществлялось преимущественно за счет массообмена в паровой фазе.



Экспериментальные точки (1-3): 1 – $t_{\text{win}}=6\text{ }^{\circ}\text{C}$; 2 – $t_{\text{win}}=16\text{ }^{\circ}\text{C}$; u_t/y_{in} в паровой смеси от концентрации этанола в конденсате при $H = 140\text{ мм}$, L_c 3 – $t_{\text{win}}=62\text{ }^{\circ}\text{C}$

Рисунок 3.5 – Зависимость отношения концентрации $y_o = 2,5\text{ кг/час}$

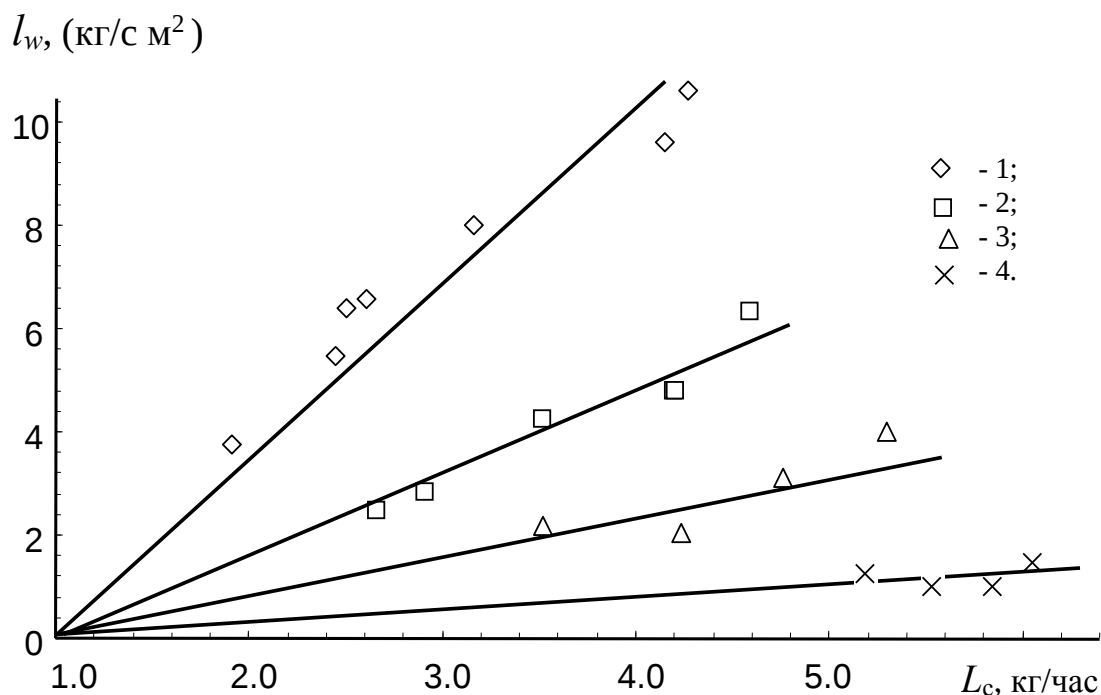


Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – $x_c = 4\text{ \% мас.}$; 2 – $x_c = 8\text{ \% мас.}$; 3 – $x_c = 35\text{ \% мас.}$; 4 – $x_c = 65\text{ \% мас.}$

Рисунок 3.6 – Зависимость отношения концентрации $y_{\text{out}}/y_{\text{in}}$ в паровой смеси от расхода конденсата при $H = 140\text{ мм}$

Удельный расход сконденсировавшихся паров воды, рассчитанный по (2.19), представлен на рисунке 3.7. Видно, что с уменьшением концентрации

этанола в паровой смеси и увеличением расхода конденсата величина l_w возрастает.



Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – $x_c = 6$ %мас.; 2 – $x_c = 15$ % мас.; 3 – $x_c = 35$ % мас.; 4 – $x_c = 51$ % мас.

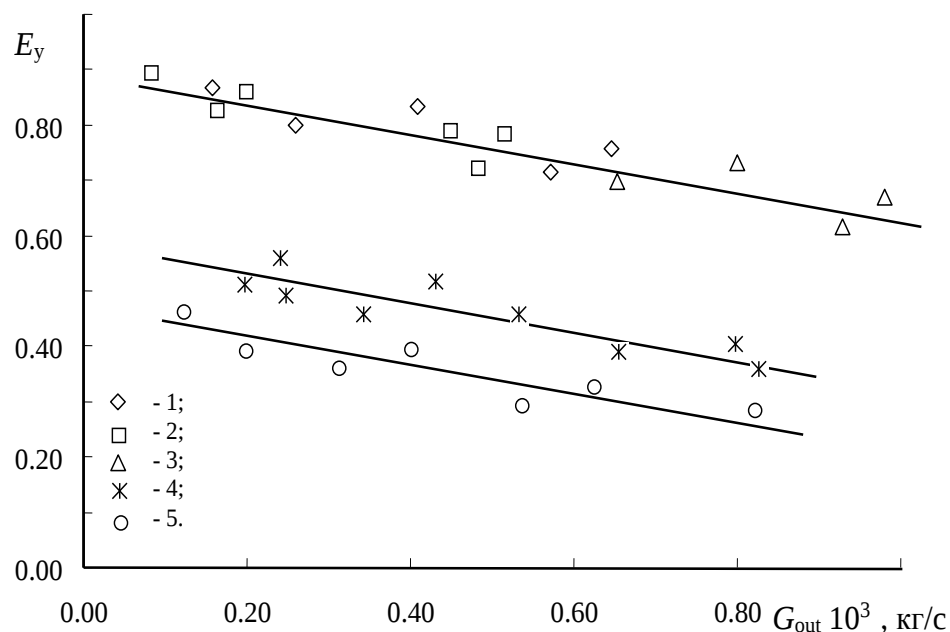
Рисунок 3.7 – Удельный расход воды, выделившейся из паровой смеси при ее частичной конденсации на поверхности дефлегматора, в зависимости от расхода конденсата

Данные рисунка 3.7 аппроксимированы в виде зависимости [114]

$$l_w = 0.44 - 0.54 \cdot L_c + 0.056 \cdot (L_c)^2 - 0.059 \cdot x_c + 0.074 \cdot L_c \cdot x_c - 0.0027 \cdot L_c \cdot (x_c)^2 \quad (3.1)$$

Укрепление при испарении конденсата с поверхности пластин. Укрепление паров осуществлялось в ячейке, схема которой представлена на рисунке 3.2б.

Установлена (рисунок 3.7) зависимость эффективности по Мерффри от расхода поднимающихся паров и величины поверхности контакта ($F = 2nS$) в виде $E_y \approx G_{out}^{-0.18} F^{0.4}$.



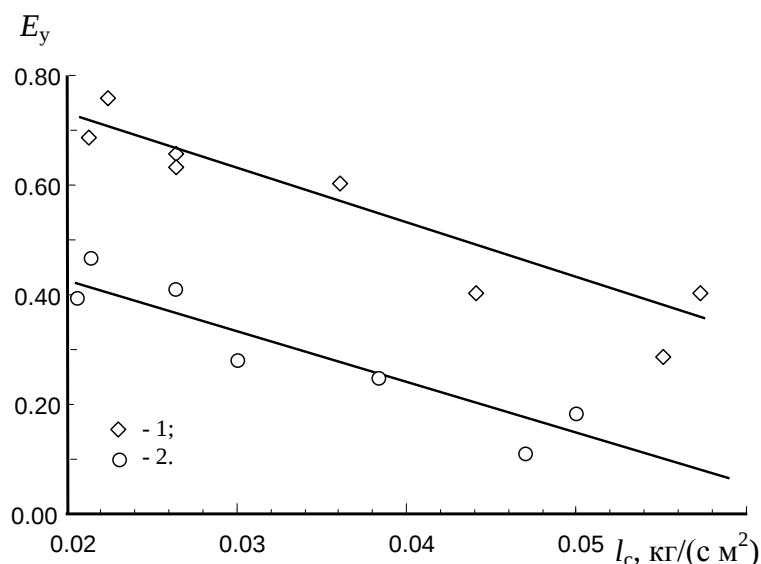
Экспериментальные точки (1 – 5): 1 – $x_c = 1$ % мас., $F = 0,09$ м²; 2 – $x_c = 25 - 36$ % мас., $F = 0,09$ м²; 3 – $x_c = 35 - 45$ % мас., $F = 0,09$ м²; 4 – $x_c = 1 - 45$ % мас., $F = 0,046$ м², 5 – $x_c = 1 - 45$ % мас., $F = 0,0158$ м²

Рисунок 3.7 – Зависимость эффективности ступени от расхода пара выходящего со ступени, при $l_c = 0,015$ кг/(с м²) и $D = 0.1 - 0.17$ м

Влияние расхода пара G_{out} на эффективность, при термической ректификации, вызвано его уменьшением по высоте ступени, вследствие частичной конденсации на поверхности дефлегматора и пластин.

Влияние поверхности контакта F на эффективность ступени, прежде всего, обусловлено теплопередачей.

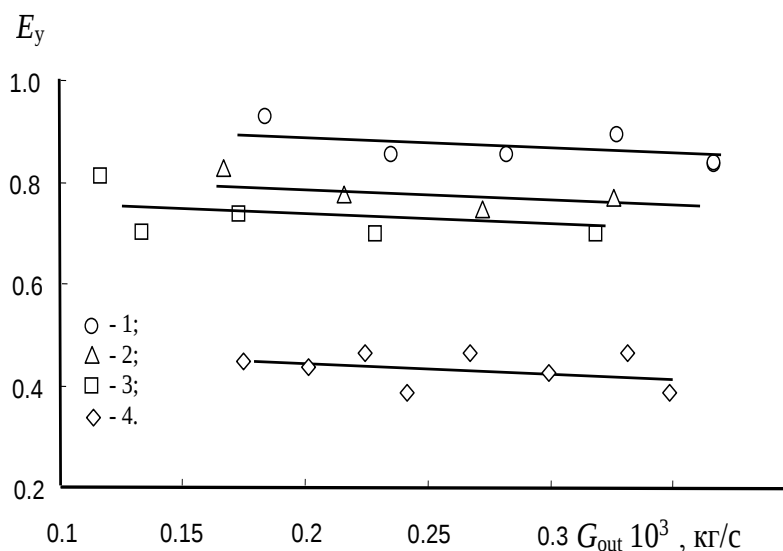
Зависимость эффективности ступени от плотности орошения конденсата на пластинах (рисунок 3.2б) представлена на рисунке 3.8. С увеличением плотности орошения конденсата l_c , эффективность снижается по закону $E_y \approx l_c^{-0.56}$, что обусловлено уменьшением времени контакта конденсата с теплопередающей поверхностью.



Экспериментальные точки (1 – 2): 1 – $F = 0,09 \text{ м}^2$; 2 – $F = 0,046 \text{ м}^2$

Рисунок 3.8 – Зависимость эффективности ступени от плотности орошения конденсата при $G_{\text{out}} = (0.24 – 0.28) \text{ кг/с}$ и $x_c = 1 – 45 \text{ \% мас}$

Зависимость эффективности от расхода конденсата и скорости паров перемещающихся в радиальном направлении между пластинами, по схеме (рисунок 3.2в), показана на рисунке 3.9.



Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – $u = 1,4 – 1,9 \text{ м/с}$; 2 – $u = 0,6 – 0,8$;
3 – $u = 0,11 – 0,15$; 4 – $u = 0,07$

Рисунок 3.9 – Зависимость эффективности ступени от расхода пара при $l_c = (0,03 – 0,04) \text{ кг/(с м}^2\text{)}$ и $D = 0,17 \text{ м}$.

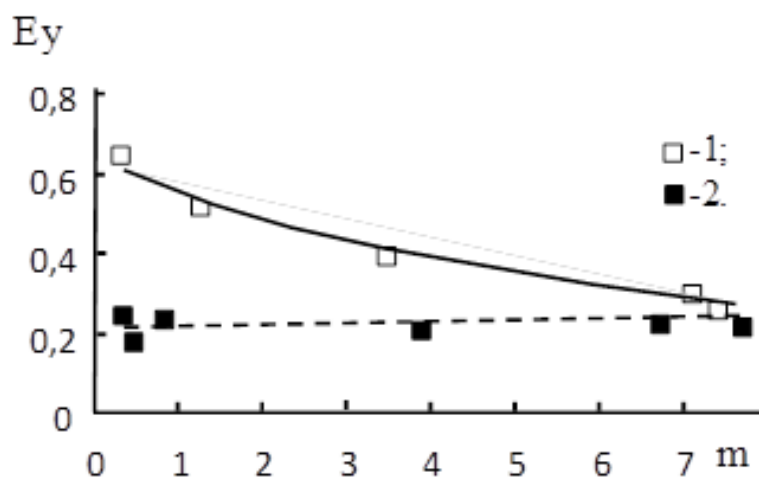
С увеличением скорости пара эффективность возрастает, $E_y \approx u^{0,2}$, что обусловлено интенсификацией перемешивания паров.

В целом, эффективность, обусловленная испарением конденсата и конденсацией поднимающихся паров на поверхности контакта верхних пластин, описывается зависимостью вида

$$E_y \approx m^{-0,2} l_c^{-0,56} G_{out}^{-0,18} F^{0,4} u^{0,2}, \quad (3.2)$$

которая применима при $l_c = 0.005 - 0.03$ кг/м²с.

Как установлено, рисунок 3.10, при проведении термической ректификации эффективность ступеней по Мерффри оказалась до 3 раз выше, чем при адиабатической ректификации. С уменьшением величины тангенса угла наклона равновесной кривой, эффективность исследованных ступеней при термической ректификации возрастает.



Экспериментальные точки (1 – 2): 1 – ступень, выполненная из пластин при термической ректификации; 2 – адиабатической ректификации, при тепловом потоке паров 7 кВт

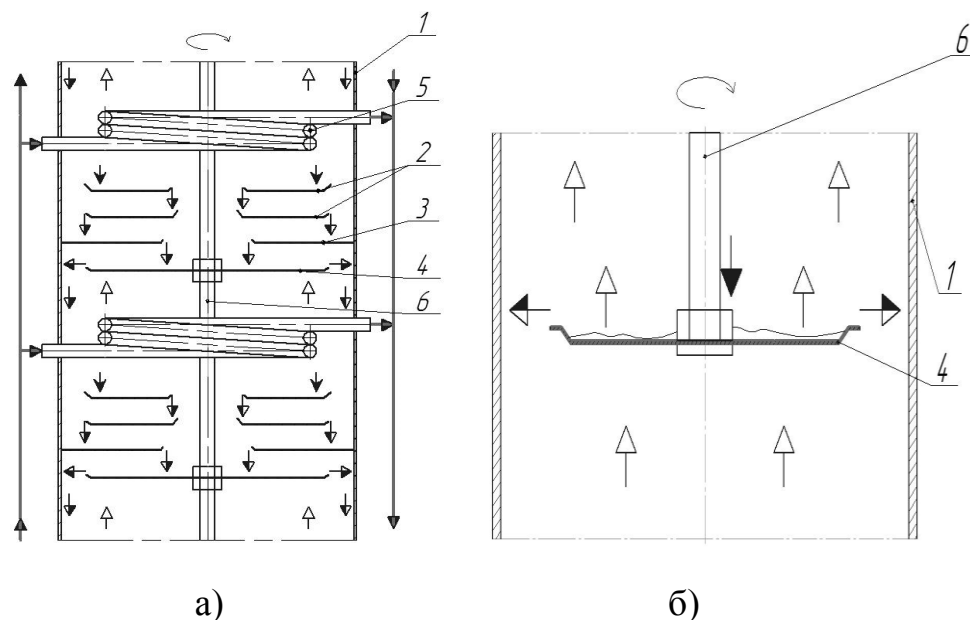
Рисунок 3.10 – Зависимость эффективности контактной ступени от тангенса угла наклона равновесной кривой

3.2 Интенсификация массообмена на ступенях, выполненных из пластин

Согласно рисунку 3.10, эффективность ступени, выполненной из пластин, при термической ректификации составила 0,4 – 0,6. Наибольший вклад в процесс разделения смеси на ступени вносят верхние пластины, куда поступает конденсат, образованный за счет частичной конденсации поднимающихся паров смеси. Вклад нижней пластины, по которой стекает поток отработанной флегмы, в общую эффективность ступени составляет не более 10 % [113 – 116].

В этой связи, для интенсификации тепло - массообмена на нижних пластинах ступени их приводили во вращение с числом оборотов от 250 до 1000 об/мин, при $f = 0,005 - 0,031 \text{ м}^2$ (рисунок 2.5г).

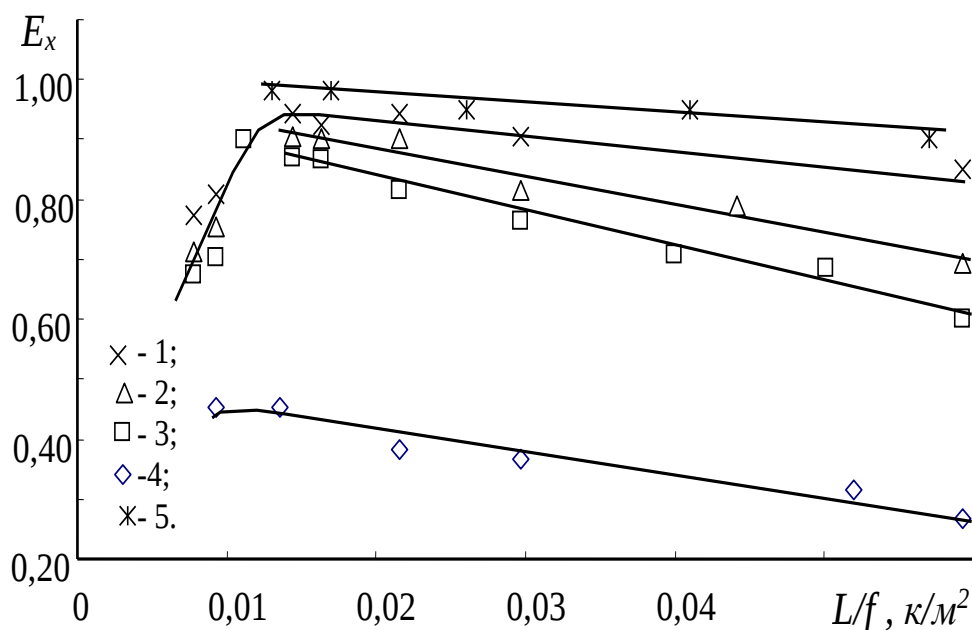
Схемы потоков на ступени при ректификации и абсорбции представлены на рисунке 3.11.



а) – ректификации, б) – абсорбции: 1 – корпус; 2 – верхние пластины; 3 – основная пластина; 4 – нижняя пластина; 5 – дефлегматор; 6 – вал
 —▶— вода; —▷— пар; —▷— рабочая смесь; —▶— конденсат

Рисунок 3.11 – Схема потоков в колонне контактных ступеней с нижними вращающимися пластинами

Результаты исследования массообмена при абсорбции, в случае подачи обескислороженной воды на поверхность вращающейся пластины, представлены на рисунке 3.12.



Экспериментальные точки (1-5): 1 — $n = 1000$ об/мин; 2 — $n = 400$ об/мин; 3 — $n = 260$ об/мин; 4 — неподвижная пластина; 5 — пластина с кольцевыми проточками $n = 1000$ об/мин.

Рисунок 3.12 — Зависимость эффективности ступени при абсорбции от плотности орошения L/f при изменении диаметра пластины от 80 до 200 мм и расхода подаваемой воды $L = 0,002 - 0,04$ кг/с

Установлено, что при стекании жидкости по неподвижной поверхности пластины, эффективность массообмена при абсорбции составила 0,3 — 0,45 (точки 4 рисунок 3.12). При вращении пластины достигнуто увеличение E_x до двух раз (точки 1 — 3, рисунок 3.12). При плотности орошения $L/f < 0,015$ кг/(м²·с) происходит снижение интенсивности массообмена, вследствие неравномерной смачиваемости поверхности пластины.

Фотографии трассера в жидкости, растекающейся по поверхности вращающейся пластины, представлены на рисунке 3.13.

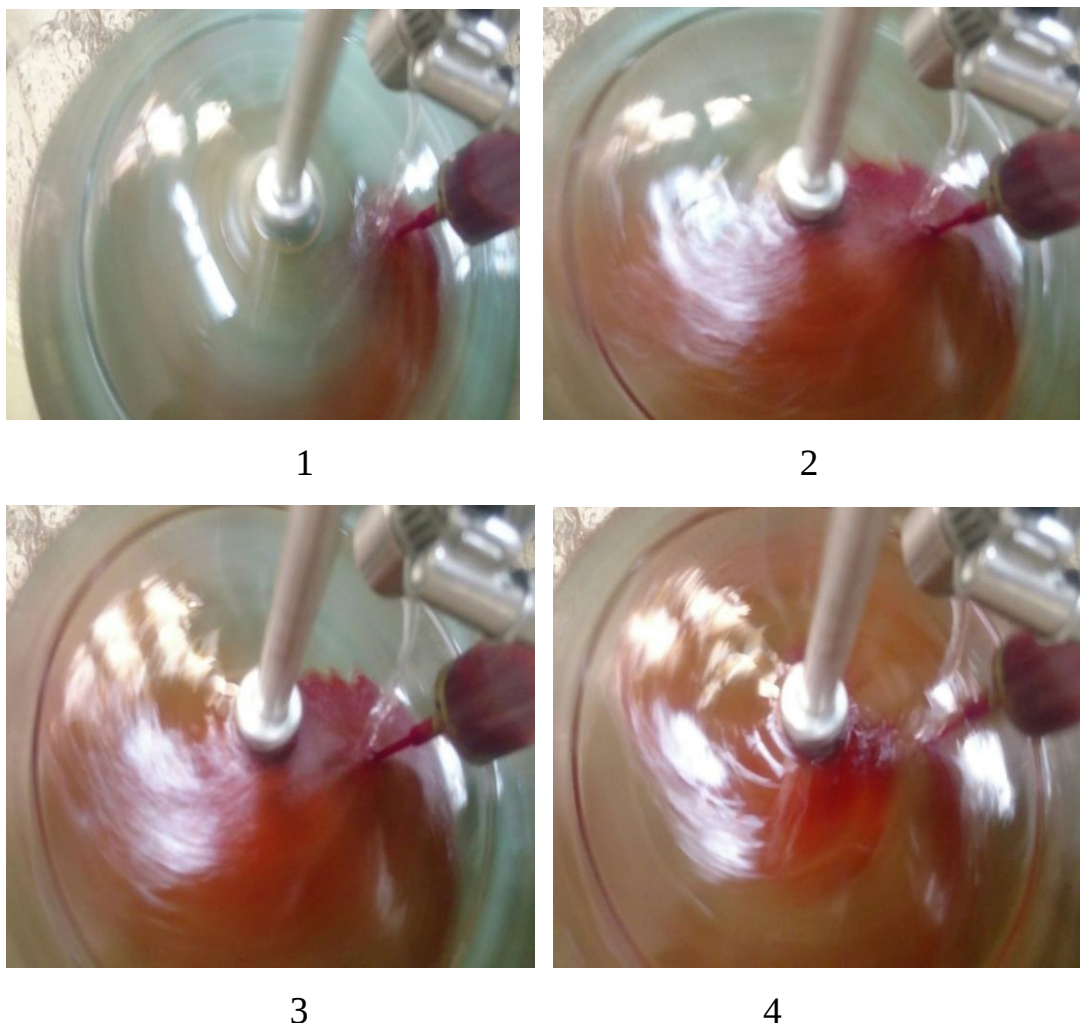


Рисунок 3.13 – Распределение трассера в жидкости на вращающейся пластине, при $n = 900$ об/мин, $L_T = 0,03 \text{ кг}/(\text{с} \cdot \text{м}^2)$

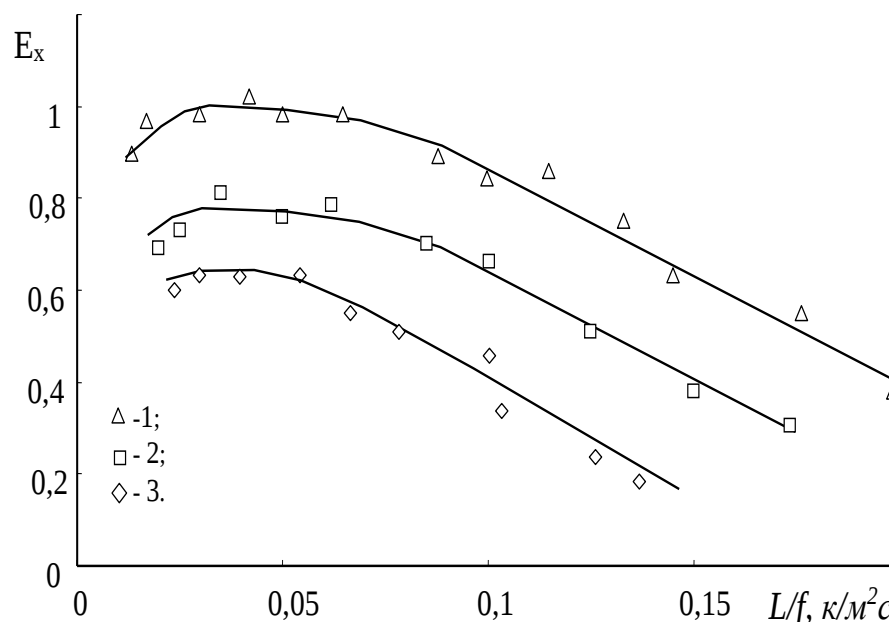
Согласно данным рисунка 3.13 можно предположить, что перемешивание жидкости на вращающейся пластине соответствует модели идеального вытеснения.

Выполнение на поверхности пластины кольцевых проточек с прямоугольными выступом, высотой $h = 1$ мм и расстоянием между выступами $s = 10$ мм, позволило увеличить эффективность массообмена на 10 % (рисунок 3.12, точки 5) в сравнении с гладкой поверхностью.

Для сравнения эффективности в процессе абсорбции, при которой сопротивление массообмену сосредоточено в жидкой фазе, с эффективностью при ректификации, проведены исследования на ступени, представленной на рисунке 2.5г. В этом случае, на пластину подавалась рабочая жидкость – смесь

этанол-вода, при температуре ее кипения, которая контактировала с поднимающимися парами указанной смеси.

Согласно полученным данным, с повышением концентрации этанола в жидкости (точки 1 и 2, рисунок 3.14), эффективность ступени возрастает до 1. Как установлено, при концентрации этанола $x > 17\%$ мас., она превышает значения эффективности, полученной при физической абсорбции, что позволяет заключить, что вращение жидкости на пластине вызывает перемешивание не только жидкой, но и паровой фазы. Как и в случае абсорбции, при плотности орошения $L/f < 0,015 \text{ кг}/(\text{м}^2\text{с})$ наблюдается снижение эффективности, вызванное плохой смачиваемостью поверхности. С увеличением числа оборотов эффективность ступени возрастает.



Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – концентрация этанола в отработанной жидкости $x = 17\%$ мас., $n = 900$ об/мин; 2 – $x = 6\%$ мас, $n = 900$ об/мин; 3 – $x = 17\%$ мас., неподвижная пластина.

Рисунок 3.14 – Изменение эффективности контактной ступени по Мерфри с одной пластиной от плотности орошения L/f

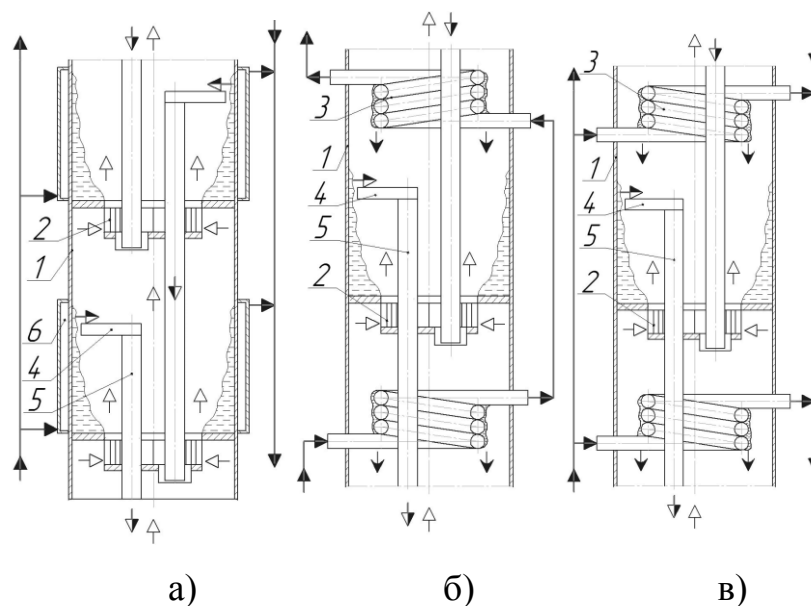
Согласно полученным данным [118], вращение стекающей флегмы на пластине позволило увеличить общую эффективность ступени, при этом $E \approx n^{0,2-0,4}$.

Таким образом, на примере абсорбции и ректификации показана возможность интенсификации массообмена при вращении жидкости на пластинах. Установлено, что с увеличением числа оборотов и концентрации легколетучего компонента в смеси эффективность ступени возрастает, что обусловлено интенсификацией перемешивания в жидкой и паровой фазах.

При вращении флегмы на нижней ступени, в условиях термической ректификации достигается увеличение эффективности ступени в 2 и более раз.

3.3 Исследование эффективности на ступени с высоким массообменом

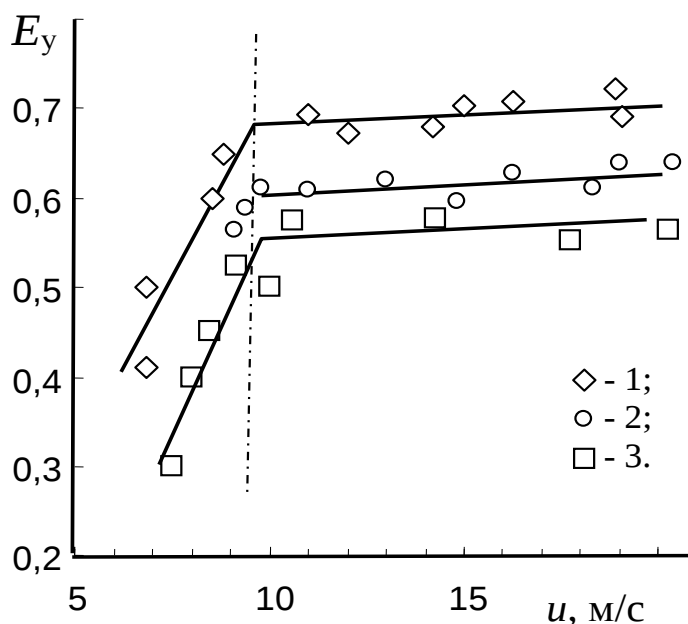
Как показано в главе 1, наиболее производительными и эффективными являются вихревые контактные ступени. Нами исследовались ступени, выполненные из тангенциальных завихрителей [101], в условиях термической ректификации. Схемы подключения воды в дефлегматор исследованных вихревых ступеней представлены на рисунке 3.15.



1 – корпус; 2 – завихритель; 3 – конденсатор; 4 – сливная планка; 5 – переток; 6 – рубашка; $\rightarrow$ – вода; $\rightarrow$ – пар; $\rightarrow$ – рабочая смесь; $\rightarrow$ – конденсат;
 а) параллельный подвод воды в рубашку; б) последовательный подвод воды в змеевик; в) параллельный подвод воды в змеевик

Рисунок 3.15 – Схемы потоков и подключения охлаждающей воды

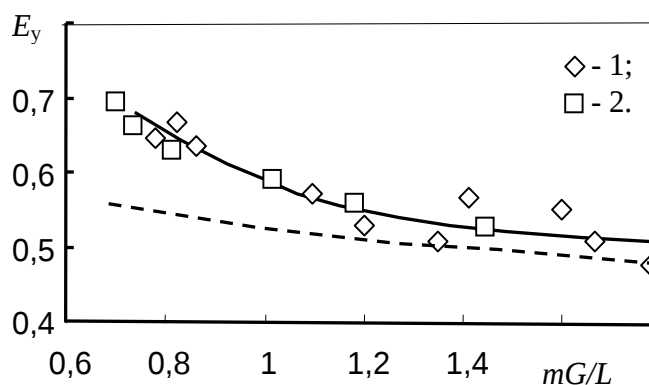
Адиабатическая ректификация. Зависимость эффективности контактной вихревой ступени от скорости пара в каналах завихрителя при адиабатной ректификации представлена на рисунке 3.16. При кольцевом гидродинамическом режиме, когда газо-жидкостная смесь приобретает вращательное движение, достигнута наибольшая эффективность ступени, что обусловлено высокой межфазной поверхностью [81 – 82].



Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – $x = 20$ % мас.; 2 – $x = 30$ % мас.; 3 – $x = 65$ % мас. Пунктирная линия – граница перехода из барботажного в кольцевой режим

Рисунок 3.16 – Зависимость эффективности ступени от скорости пара в каналах завихрителя при вариации концентрации этанола при $H = 0,055$ м, $V = 0,15 \times 10^{-3}$ м³, $R = 2 - 4,5$

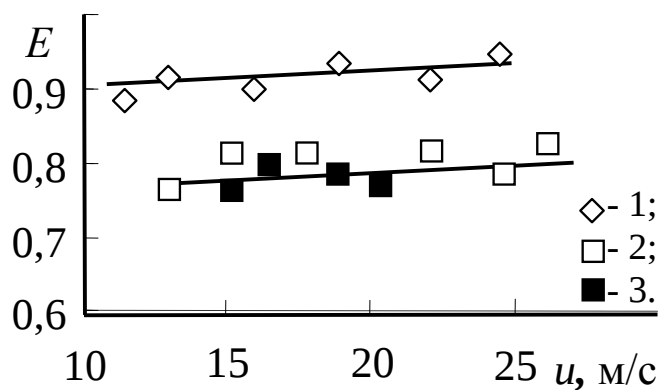
С уменьшением концентрации этанола на ступени, рисунок 3.16, или увеличением тангенса угла наклона равновесной кривой, эффективность вихревой ступени при адиабатической ректификации возрастает по закону $E_y \approx m^{0.16}$, что согласуется с данными [8,103]. При этом, согласно данным представленным на рисунке 3.17, $E_y \approx (G/L)^{-0.15}$.



Экспериментальные точки 1 – 2: 1 – вихревая ступень; 2 – данные работы [119]. Пунктирная линия – расчет по уравнению $E_y = N_y / (1 + N_y)$ [120]

Рисунок 3.17 – Зависимость эффективности контактных ступеней от параметра G/L при $m = 0,7$ и $V = 0.15 \times 10^{-3} \text{ м}^3$

При низких концентрациях этанола в жидкости ($x < 5 \text{ \% мас.}$), когда основное сопротивление массопереносу смеси этанол-вода сосредоточено в жидкой фазе [121], эффективность ступени при ректификации E_y и эффективность при физической абсорбции E практически одинаковы (рисунок 3.18, точки 2 и 3).



Экспериментальные точки (1 – 2) при абсорбции: 1– $H = 0,1 \text{ м}$, $V = 0,4 \times 10^{-3} \text{ м}^3$; 2- $H = 0,055 \text{ м}$, $V = 0,15 \times 10^{-3} \text{ м}^3$; 3 – при ректификации $H = 0,055 \text{ м}$, $V = 0,15 \times 10^{-3} \text{ м}^3$, $x = 4 \text{ \% мас}$

Рисунок 3.18 – Зависимость эффективности контактной ступени при абсорбции и ректификации от скорости газа в каналах завихрителя

В этой связи, можно предположить, что в области низких концентраций этанола в жидкости влияние эффектов испарения на ступени несущественно, по сравнению с интенсификацией процесса ректификации путем турбулизации фаз.

Основываясь на исследованиях массообмена при абсорбции на вихревых ступенях [122] и данных, полученных при ректификации, зависимость для расчета эффективности ступени в кольцевом режиме при адиабатической ректификации представлена в виде

$$E_y = 0,035 m^{0.16} (G/L)^{-0.15} (H/h)^{0.4} (Re)^{0.24}, \quad (3.3)$$

где E_y – эффективность ступени по паровой фазе;

m – тангенс угла наклона равновесной кривой смеси;

G – расход паровой фазы, кг/с;

L – расход жидкой фазы, кг/с.

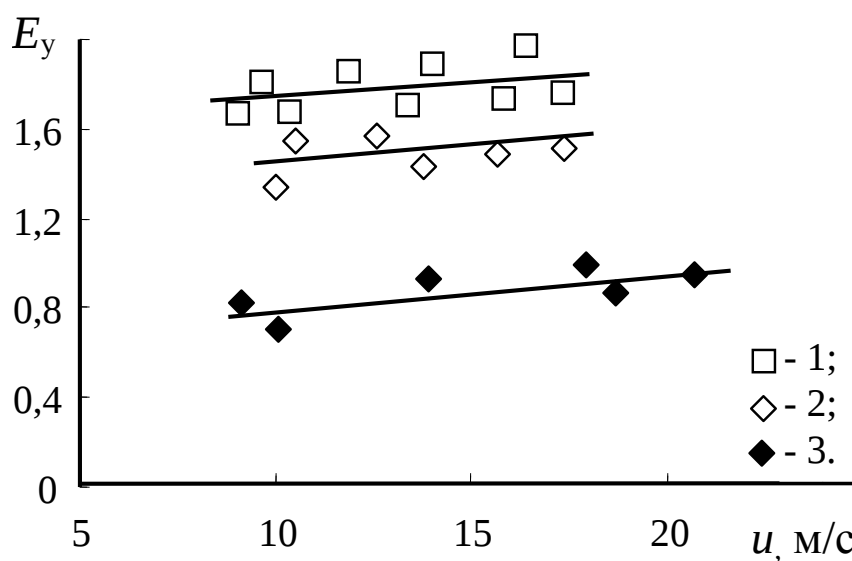
Центробежный критерий Рейнольдса при этом составил 5000 – 15000, а угловая скорость вращения газо-жидкостной смеси принималась согласно [123].

Термическая ректификация. Как показали исследования, подвод теплоносителя в рубашки (рисунок 3.15а), размещенные на наружной поверхности царги, с целью нагревания или охлаждения рабочей жидкости на ступени, не позволил существенно интенсифицировать процесс укреплении смеси этанол-вода. Увеличение эффективности контактной ступени составило не более 0,1. Аналогичный результат был получен в работе [1].

Осуществление подачи охлаждающей воды в конденсаторы по схеме, представленной на рисунке 3.15б, оказалось не эффективным, по причине наличия значительной разницы температуры теплоносителя и паров поднимающейся смеси.

Наибольшая эффективность достигалась при подключении охлаждающей воды в конденсаторы по схеме рисунка 3.15в.

В этом случае, эффективность контактной ступени в области высоких концентраций этанола в смеси, по сравнению с адиабатической ректификацией, увеличилась до трех раз (рисунок 3.19), по причине наиболее близких значений разницы температуры теплоносителя и паров поднимающейся смеси. Так как эффективность ступени, рассчитанная по уравнению (2.10), оказалась больше единицы, можно предположить, что на вихревых ступенях образуется несколько областей тепломассообмена.



Экспериментальные точки: 1 – $x = 65 - 70\%$ мас, 2 – $x = 30\%$ мас, 3 – $x = 20\%$ мас.

Рисунок 3.19 – Зависимость эффективности контактной ступени от скорости пара в каналах завихрителя при термической ректификации при $R = 3$, $\Delta t = 10 - 20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Отношение величин эффективности ступени при термической и адиабатической ректификации от тангенса угла наклона равновесной кривой представлено на рисунке 3.20. Как видно, влияние воздействия термических эффектов на эффективность ступени при ректификации становится незначительным при $m > 4,5$ или концентрации этанола в смеси $x < 5\%$ мас.

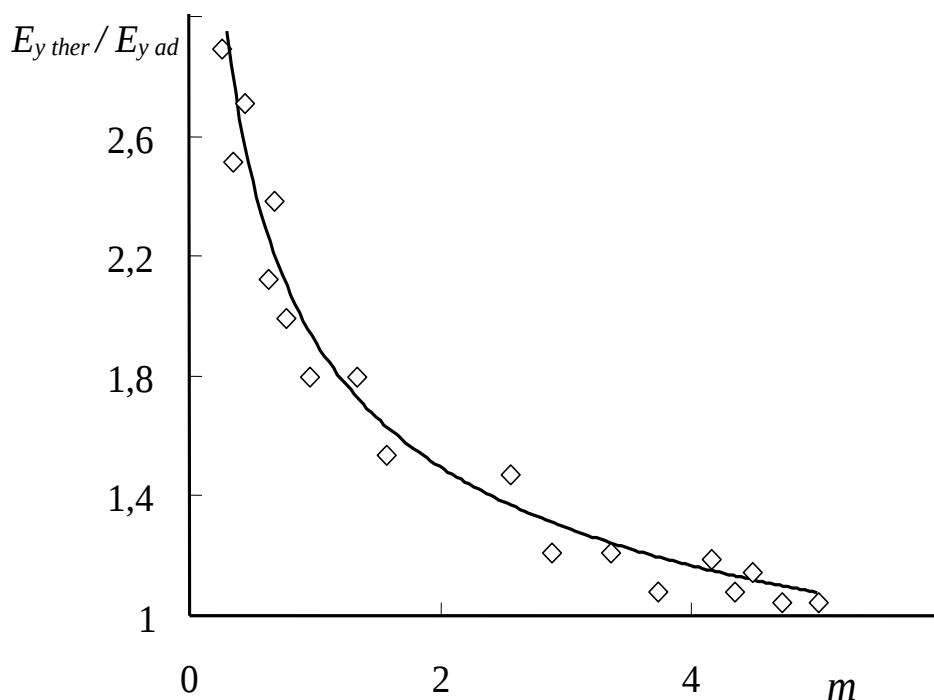


Рисунок 3.20 – Зависимость отношения эффективности вихревой контактной ступени при кольцевом режиме, при термической и адиабатной ректификации от тангенса угла наклона равновесной кривой при $\Delta t = 8 - 15^\circ\text{C}$

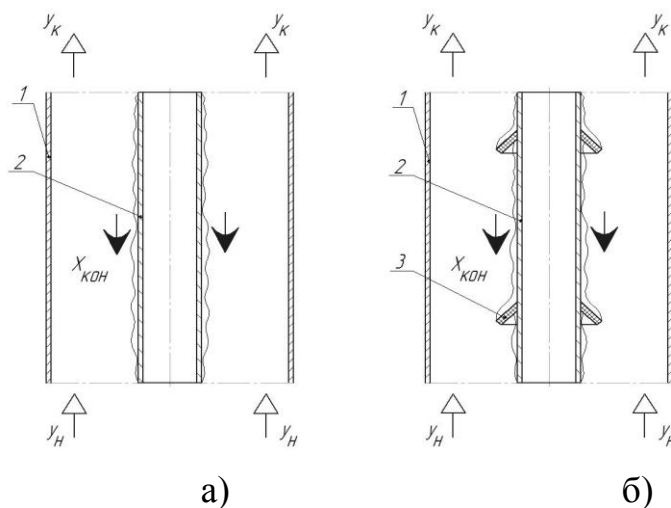
Оценить величину эффективности ступени с вихревыми контактными устройствами при термической ректификации можно по уравнению (3.4) и зависимости, представленной на рисунке 3.20, согласно

$$E_{yther} = [1.9 m^{-0.36}] E_{yad}, \quad (3.4)$$

где E_{yther} – эффективность при термической ректификации;

E_{yad} – эффективность при адиабатной ректификации

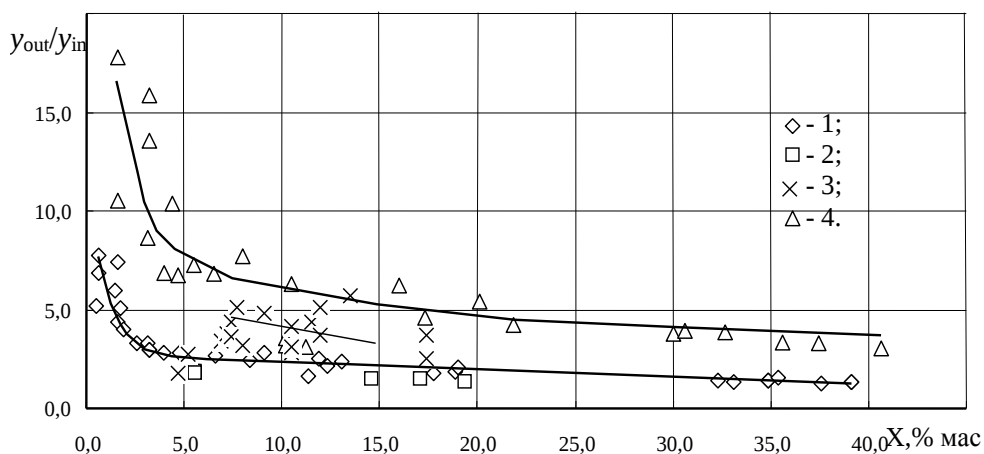
Исследование парциальной ректификации. Выше представлены данные по результатам термической ректификации на коротких трубках, рисунок 3.2а. В этой связи продолжены исследования на длинных трубках и на длинных трубках с ограничителями. Схемы потоков в исследуемых ячейках, рисунок 2.5а, представлены на рисунке 3.21.



1 – корпус; 2 – конденсатор; 3 – ограничители; $\triangle$ – пар;
 $\rightarrow$ – конденсат;

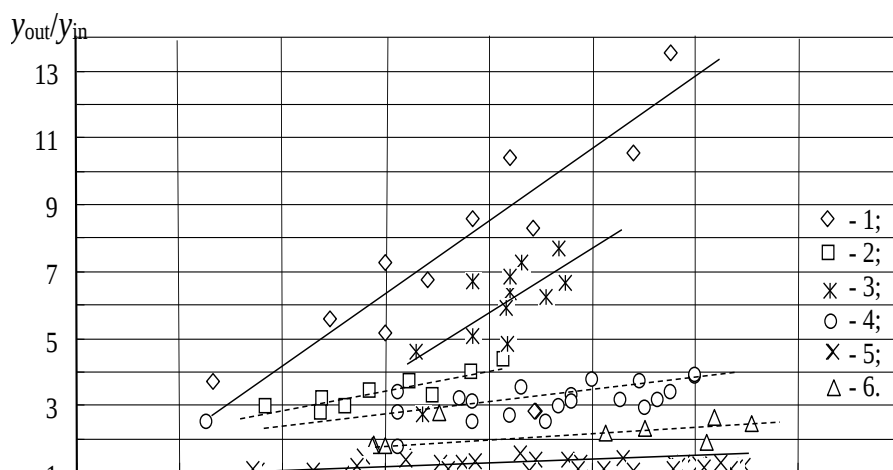
Рисунок 3.21 – Схемы потоков при парциальной ректификации:

Как показали исследования, при парциальной конденсации паровой смеси (этанол-вода и ацетон - вода) на охлаждаемой поверхности труб разной длины, достигается увеличение концентрации легколетучего компонента в выходящих парах. Причем с уменьшением концентрации легколетучего компонента в смеси и повышением расхода конденсата, рисунки 3.22 – 3.24, y_{out} возрастает.



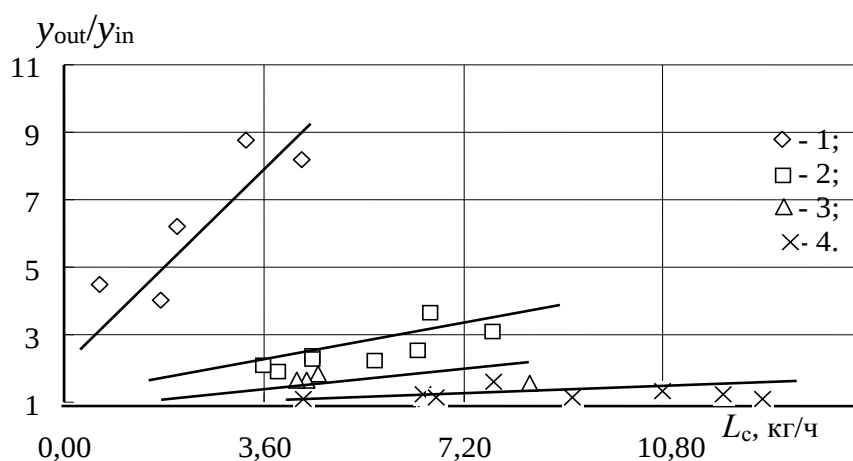
Экспериментальные точки: 1 – $H = 0,14$ м; 2 – $H = 0,14$ м; 3 – $H = 1,0$ м;
 4 – $H = 2,0$ м

Рисунок 3.22 – Зависимость отношения концентрации y_{out}/y_{in} в паровой смеси от концентрации этанола в конденсате при $L_c = 1,2 - 6,5$ кг/ч



Экспериментальные точки (1–6): 1- $H = 1-2$ м, $x = 1 - 7$ % мас.; 2 – 0,14 м, $1 - 7$ % мас.; 3 – 1 - 2 м 10 – 20 % мас.; 4 – 0,14, 7 – 15 % мас.; 5 – 0,14 м 30 – 70 % мас.; 6 – 1 - 2 м 30 – 70% мас. Пунктирная линия - короткая труба.

Рисунок 3.23 – Зависимость отношения концентрации y_{out}/y_{in} в паровой смеси от расхода конденсата

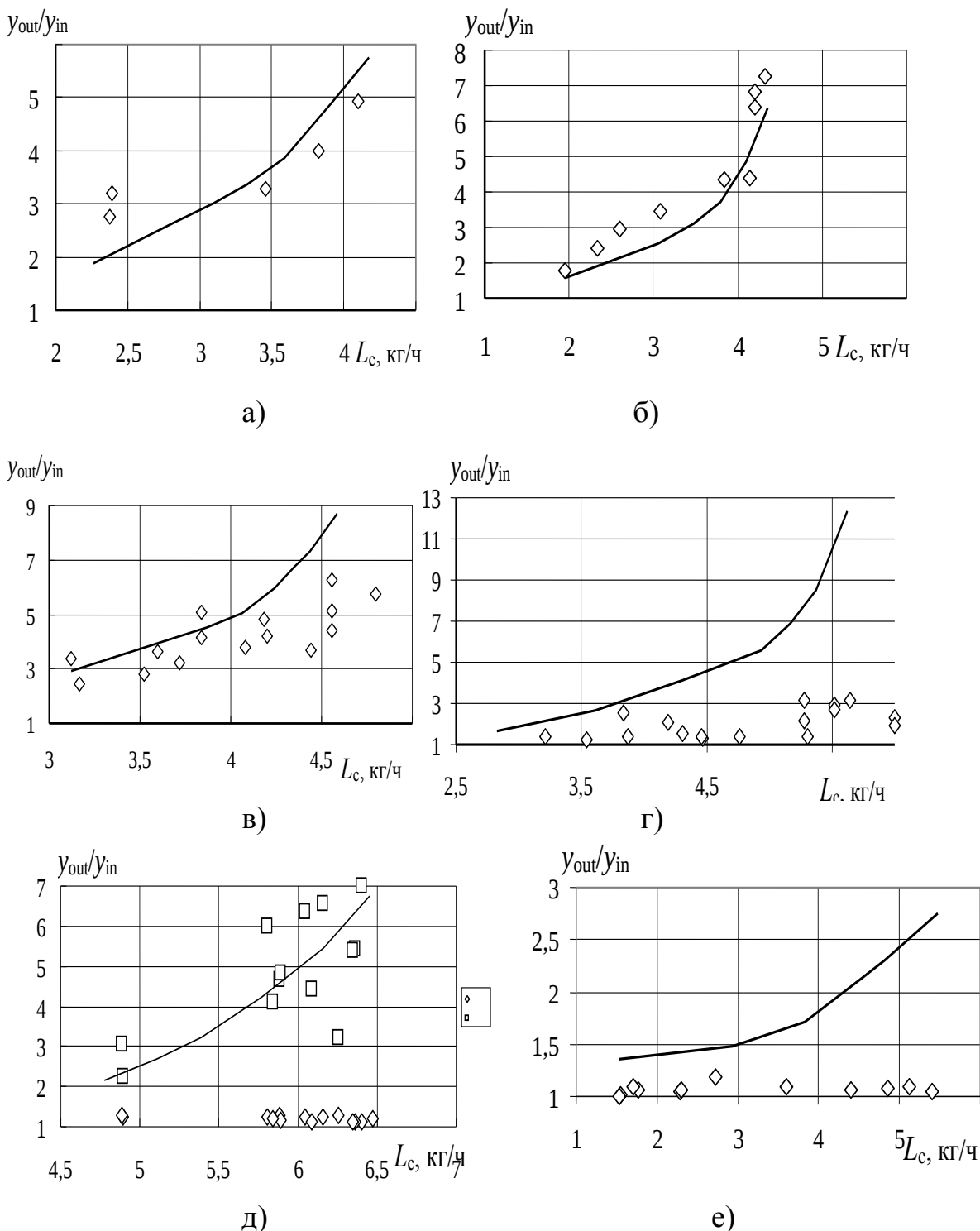


Экспериментальные точки (1-4): 1 – $x = 1 - 5,7$ % мас.; 2 – 10 – 49 % мас.; 3 – 48 – 56 % мас.; 4 – 56 – 88 % мас.

Рисунок 3.24 – Зависимость отношения концентрации ацетона y_{out}/y_{in} в паровой смеси от расхода конденсата при $H = 0,14$ м

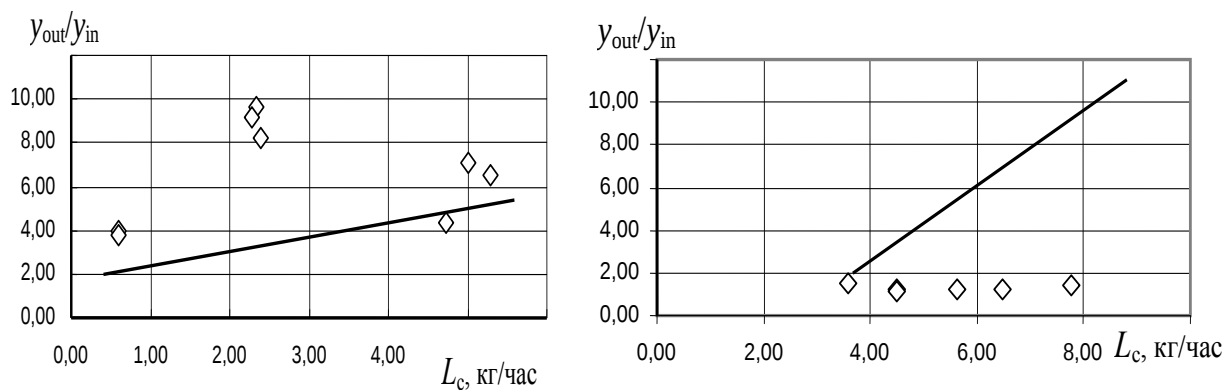
Увеличение длины пленкообразующей поверхности (длины трубы H) приводит к росту отношения y_{out}/y_{in} до двух раз, причем с повышением расхода конденсата оно возрастает, что вызвано нагревом конденсата до температуры кипения и его испарением.

Сравнение опытных и рассчитанных по уравнению (1.3) величин y_{out}/y_{in} представлено на рисунках 3.25 – 3.26.



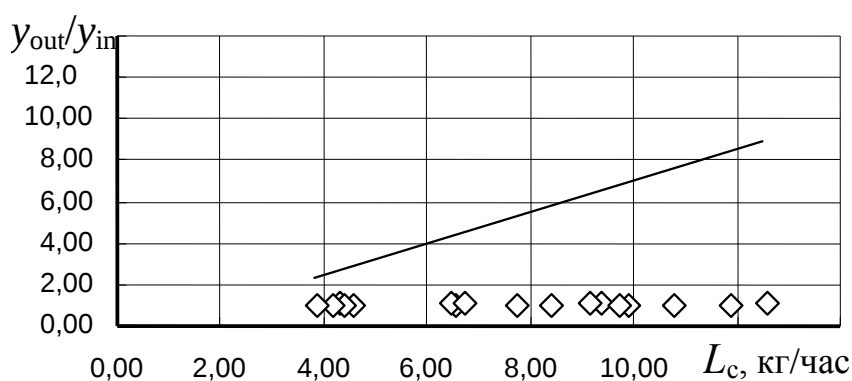
а) – $x = 1,5 - 4,8$ % мас.; б) – $x = 6 - 9$ % мас.; в) – $x = 10 - 15$ % мас.; г) – $x = 16 - 21$ % мас.; д) – $x = 41 - 60$ % мас.; е) – $x = 51 - 75$ % мас.; Линия – расчет по уравнению (1.3)

Рисунок 3.25 – Зависимость отношения концентрации y_{out}/y_{in} в паровой смеси этанол-вода от расхода конденсата



а)

б)



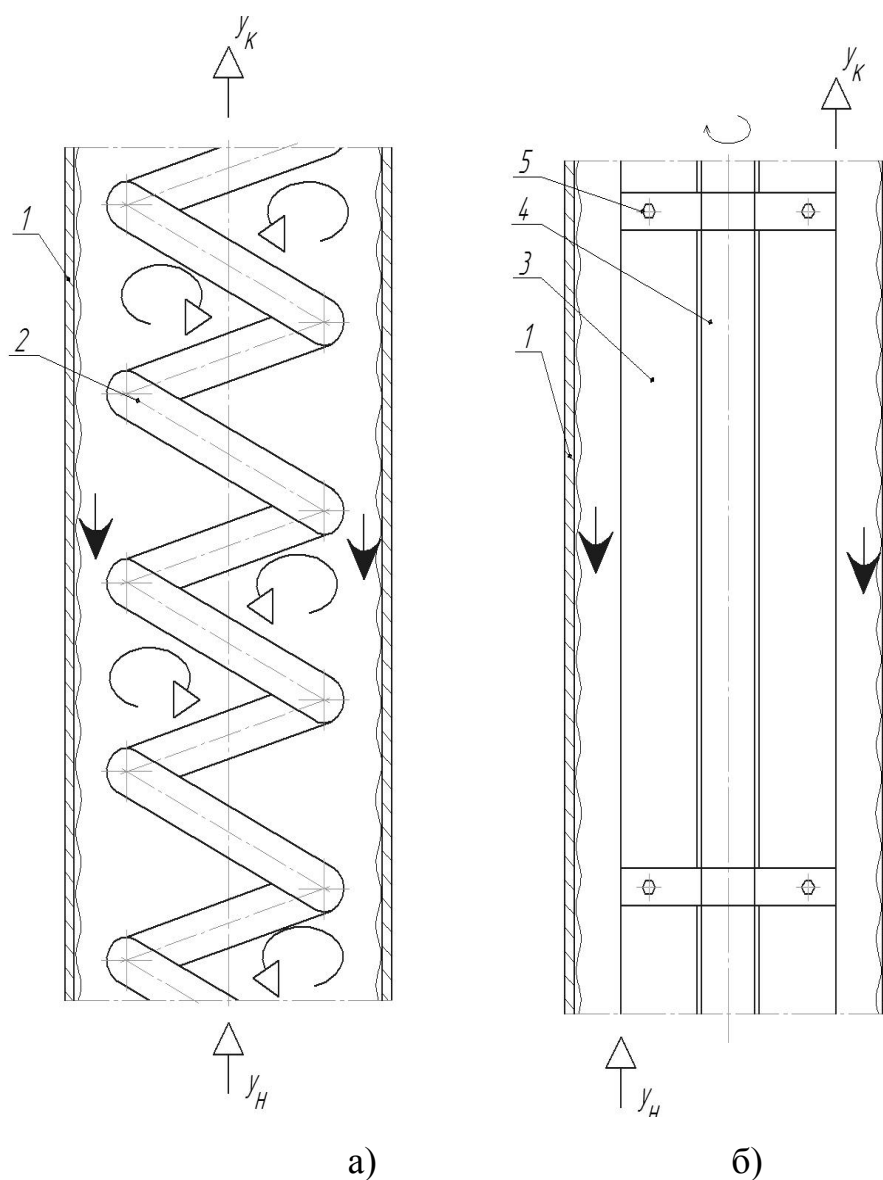
в)

а) – $x = 8,5\%$ мол.; б) – $x = 61\%$ мол.; в) – $x = 91\%$ мол.; линия – расчет по уравнению (1.3)

Рисунок 3.26 – Зависимость отношения концентрации y_{out}/y_{in} в паровой смеси ацетон-вода от расхода конденсата

Как показал анализ сравнения расчетных и опытных значений величины y_{out}/y_{in} , уравнение (3.1) дает сходимость только при низкой концентрации легколетучего компонента в смеси $x < 15\%$, а при более высоких значениях дает большую погрешность, что также было отмечено в работе [1] и объясняется влиянием сопротивления массообмену в паровой фазе.

В этой связи, с целью интенсификации процесса массообмена в паровой фазе, проведены исследования при перемешивании паров на установке, рисунок 2.5, схема потоков представлена на рисунке 3.27.

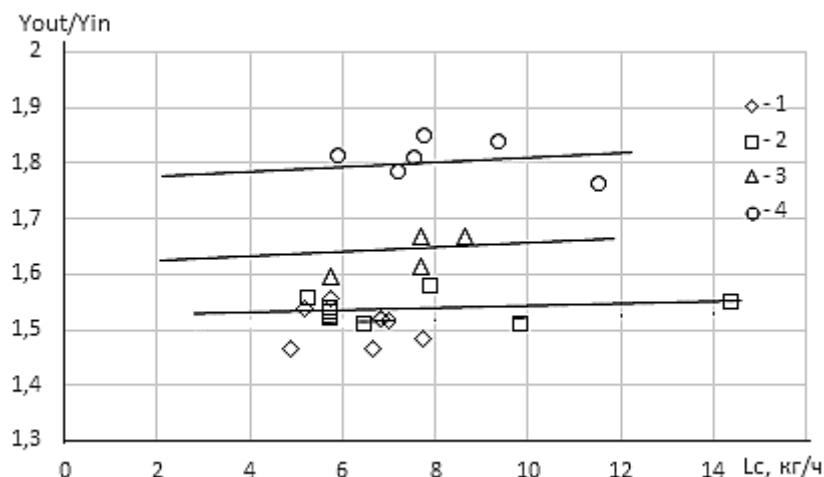


а) – спираль, б) – мешалка: 1 – корпус; 2 – спираль; 3 – лопасть; 4 – вал; 5 – крепление; ∇ – пар; $\blacktriangleright$ – конденсат;

Рисунок 3.27 – Схема потоков при перемешивании пара в трубе при парциальной конденсации

Спираль из проволоки $d=3$ мм, отношение сечения проволоки к высоте витка $s/h=5$, диаметр спирали $D=28$ мм. Мешалка состояла из вала диаметром 8 мм и двух прямых лопастей шириной 10 мм.

Результаты исследования интенсификации паровой фазы для спирального завихрителя и лопастной мешалки, при частоте вращения $n = 0 - 900$ об/мин, представлены на рисунке 3.28.



Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – спираль; 2 – мешалка $n = 0$ об/мин; 3 – мешалка $n = 300$ об/мин; 4 – мешалка $n = 500-900$ об/мин

Рисунок 3.28 – Зависимость отношения концентрации y_{out}/y_{in} в паровой смеси этанол - вода от расхода конденсата при $x_c = 51$ % мас

Как показывают результаты исследования, турбулизация паровой фазы увеличивает отношение концентраций y_{out}/y_{in} , в 1,2 – 1,4 раза, что позволяет повысить эффективность ступеней в 2 и более раз.

Исследование парциальной конденсации головной фракции проводилось на стенде, рисунок 2.5, с колонной $H=1$ м, по схеме, рисунок 3.21.

Результаты исследования представлены в таблице 3.1. Нормативная документация на методику испытаний – ГОСТ 30536-2013.

Таблица 3.1 – Результаты исследования парциальной конденсации головной фракции

Показатели испытания	Пар на входе	Дистиллят
Массовая концентрация альдегидов, мг/дм ³	593,4 +/- 59,3	717,0 +/- 71,7
Массовая концентрация сивушного масла, мг/дм ³	1119,0 +/- 111,9	874,0 +/- 87,4
Массовая концентрация эфиров, мг/дм ³	2699,0 +/- 269,9	4147,0 +/- 414,7

Результаты показывают, что при парциальной конденсации конденсируются более тяжелолетучие примеси, а более легколетучие увеличивают концентрацию, что подтверждают ранее проведенные испытания на смеси этанол-вода, ацетон-вода.

Выводы по главе 3

Исследован новый способ термической ректификации, заключающийся в парциальной конденсации паров на ступенях и дальнейшем воздействии на конденсат тепловым потоком, до ввода его в стекающую флегму.

На контактных ступенях с низким массообменом воздействие термических эффектов позволило увеличить до 4 раз общую эффективность ступени, по сравнению с адиабатической ректификацией, при гидравлическом сопротивлении ступени, не превышающем 4 Па.

При осуществлении парциальной конденсации на охлаждающей поверхности дефлегматора, концентрация легколетучего компонента в поднимающихся парах возрастает с уменьшением концентрации этанола в смеси и повышением расхода полученного конденсата. Получена зависимость для расчета количества выделившейся воды из смеси при парциальной конденсации.

Основные технологические параметры процесса, для ступени, выполненной из пластин, обеспечивающие укрепление паров при воздействии термических эффектов на конденсат, являются: плотность орошения l_c , расход паров, выходящих со ступени G_{out} , поверхность контакта пластин F , радиальная скорость пара u . Наибольший вклад в эффективность ступени обеспечивают верхние пластины: 25 %, вклад дефлегматора в общую эффективность ступени составил 6 %, суммарный вклад нижней и средней пластины – не более 15 %.

На примере абсорбции и ректификации показана возможность интенсификации массообмена при вращении жидкости на пластинах.

Установлено, что с увеличением числа оборотов и концентрации легколетучего компонента в смеси, эффективность ступени возрастает $E \approx n^{0,2-0,4}$, что обусловлено интенсификацией перемешивания в жидкой и паровой фазах. Вращением флегмы на нижней пластине каждой ступени в условиях термической ректификации достигается увеличение общей эффективности ступени в 2 и более раз.

Представлены результаты исследования процесса ректификации на вихревой контактной ступени. Показано, что частичная конденсация поднимающихся паров смеси этанол-вода интенсифицирует процесс укрепления смеси до трех раз, в сравнении с адиабатической ректификацией. Установлены параметры процесса, интенсифицирующие тепломассоперенос при термической ректификации. Получены зависимости для определения эффективности вихревой ступени при адиабатной и термической ректификации.

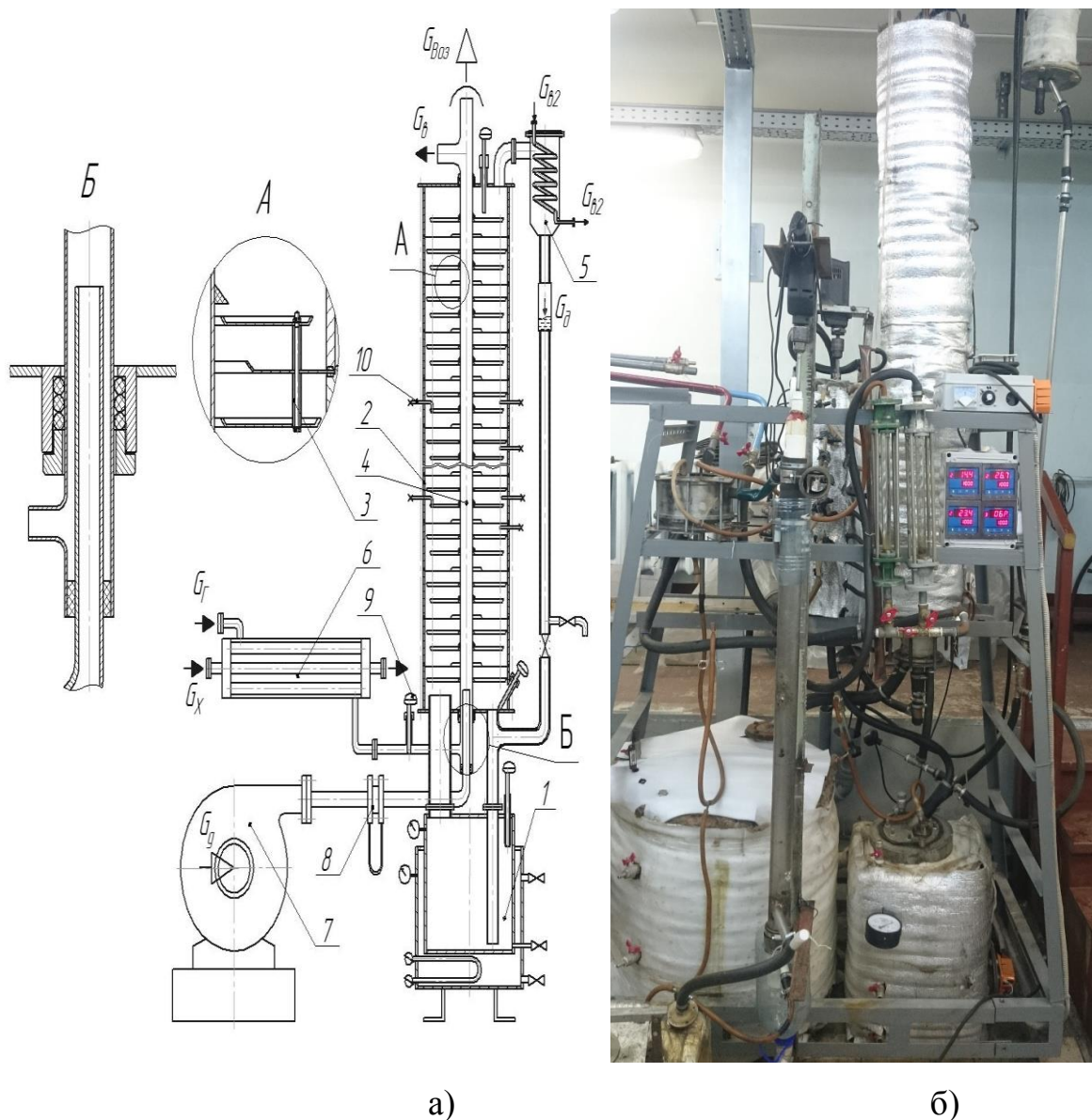
Представлены результаты исследования укрепления смеси этанол-вода при парциальной конденсации паров на теплопередающей поверхности. Подтверждено на смесях этанол-вода, ацетон-вода и головная фракция смеси этанол-вода, что при парциальной конденсации в большей степени конденсируются тяжелолетучие компоненты. Проверено уравнение Релея для расчета парциальной конденсации без учета массообмена, показано, что сходимость расчетных и опытных данных удовлетворительна только при низких концентрациях легколетучего компонента, а при высоких – данные завышены из-за сопротивления в паровой фазе. Выяснено, что при тубулизации паровой фазы возможно увеличить эффективность парциальной конденсации в 2 и более раз.

ГЛАВА 4. ПРИКЛАДНАЯ ЧАСТЬ

4.1 Исследование многоступенчатых колонн с контактными ступенями, выполненными из пластин

Схема разработанной и исследованной колонны с 24 контактными ступенями, выполненными из пластин представлена на рисунке 4.1.

На первом этапе исследований осуществлялась конденсация паров смеси в конденсаторе 5, при отключенном дефлегматоре 4. В зависимости от заданного флегмового числа, часть конденсата возвращалась на верхнюю ступень установки. Варьирование температуры флегмы осуществлялось изменением расхода и температуры воды, поступающей в конденсатор. При такой организации процесса ректификации, флегма стекала только по нижним и средним пластинам. Согласно полученным данным, с увеличением флегмового числа, концентрация этанола в дистилляте возрастала, что не противоречит общеизвестным данным [85]. Однако снижение температуры флегмы, поступающей на верхнюю ступень колонны, приводит к увеличению концентрации этанола в дистилляте (рисунок 4.2, точки 1 и 2), что не согласуется с известными представлениями о процессе адиабатной ректификации. В этой связи, был проведен анализ концентраций этанола на ступенях по высоте колонны, который показал, что в случае переохлаждения флегмы, наблюдается увеличение концентрации этанола в паре, вызванное парциальной конденсацией поднимающегося пара на поверхности пластин по которым стекает холодная флегма. При подаче флегмы на верхнюю ступень колонны (реализация адиабатной ректификации), при ее температуре, близкой к температуре поднимающихся паров на ней, общая эффективность ступени составила 0,12, что обусловлено низким массообменом.

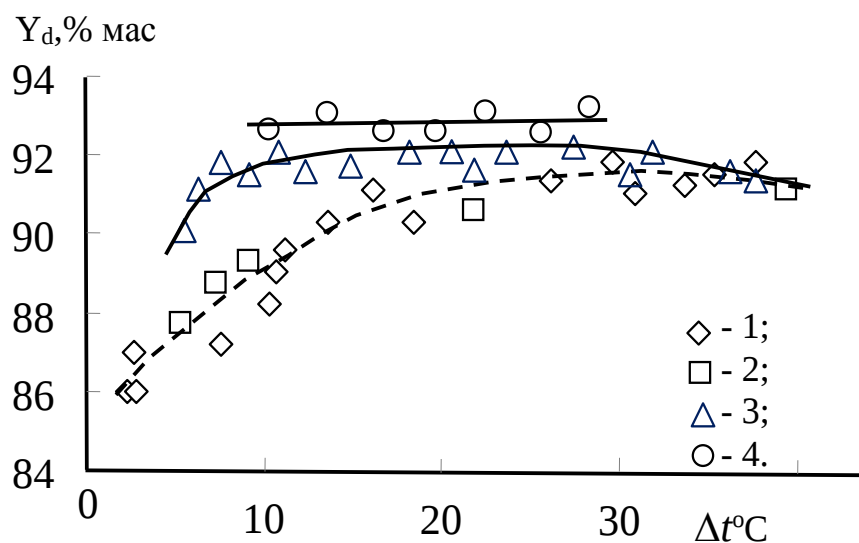


1 – куб; 2 – корпус; 3 – ступень; 4 – дефлегматор; 5 – конденсатор;
6 – теплообменник; 7 – вентилятор; 8 – диафрагма; 9 – термометр;
10 – пробоотборник.

Рисунок 4.1 – Схема колонны (а) и общий вид установки (б)

О низком массообмене на ступени также свидетельствуют данные полученные нами при осуществлении процесса абсорбции кислорода из воздуха водой [114], Согласно которым, при расходе воды 1 – 2 кг/ч, эффективность ступени, рассчитанная по уравнению (2.18) составила 0,02–0,1,

и в интервале скорости поднимающихся паров 0,05 – 1,0 м/с практически не изменялась.



Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – $Q = 7$ кВт; 2 – 4 кВт; 3 – $Q = 12 - 14$ кВт, $F = 0,046$ м²; 4 – $Q = 12 - 14$ кВт, $F = 0,09$ м². Пунктирная линия – подача охлаждающей воды только в конденсатор

Рисунок 4.2 – Концентрация этанола в паре на верхней ступени колонны от разности температур при начальной концентрации этанола в паре 60 % мас., флегмовом числе $R = 3 - 7$

При подаче воды в дефлегматор 4, общая эффективность ступени в колонне возрастает. Наибольшее укрепление паров смеси в колонне при термической ректификации достигается, рисунок 4.2 (точки 3 и 4), в интервале значений разности температуры пара на ступени и охлаждающей воды в конденсаторе $\Delta t = 8 - 30$ °C.

Общая эффективность ступени в колонне при установке одной верхней пластины ($F = 0,046$ м²) и $R = 3 - 5$ составила 0,35, при наличии двух верхних пластин ($F = 0,09$ м²) – 0,45.

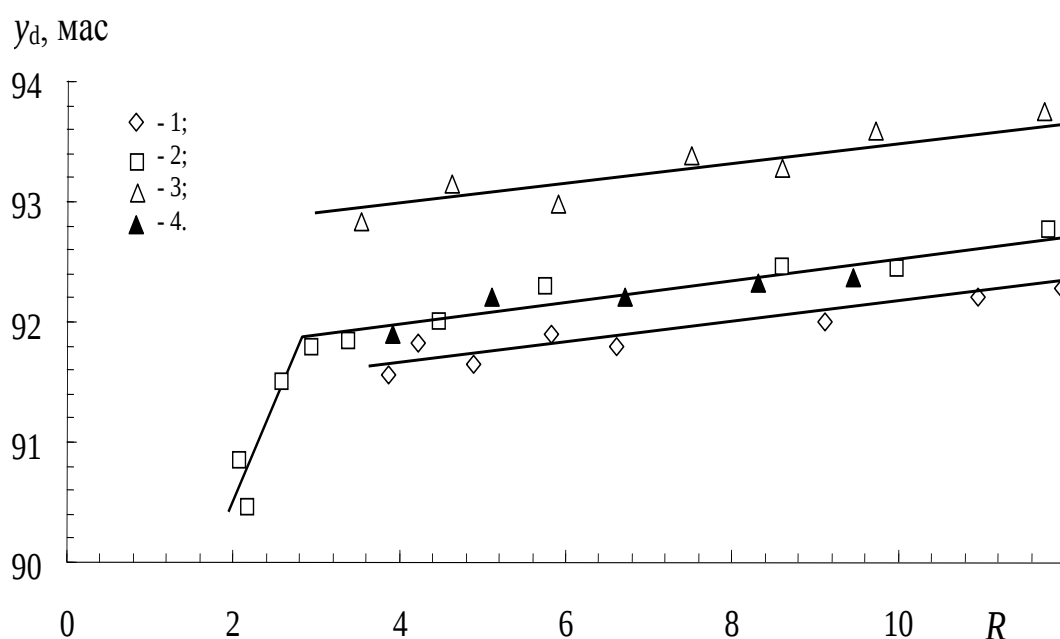
Как установлено, увеличение количества верхних пластин на ступени позволяет интенсифицировать процесс укрепления и повысить его эффективность. При этом, параллельный ввод конденсата на верхние пластины ступени (рисунок 3.1 а), целесообразно применять в случае поддержания минимального времени нахождения смеси в зоне высоких

температур. Последовательный ввод конденсата на верхние пластины, рисунок 3.11 а, позволяет интенсифицировать процесс за счет увеличения времени контакта.

Уменьшение концентрации этанола в дистилляте при $\Delta t < 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ (рисунок 4.2), вызвано низким расходом конденсата и не достаточной смачиваемостью поверхности, а при $\Delta t > 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ обусловлено снижением интенсивности испарения флегмы.

Общее число единиц переноса для данных, рисунок 4.2, достигнуто $N_{oy} = 18$, что соответствует высоте единицы переноса 0,1 м.

С увеличением флегмового числа, укрепляющая способность колонны при термической ректификации возрастает, рисунок 4.3.



Экспериментальные точки (1– 4): $Q = 4\text{ кВт}$; 2 – $Q = 7\text{ кВт}$; 3 – $Q = 13\text{ кВт}$; 4 – $Q = 13\text{ кВт}$, при $F = 0,046\text{ м}^2$

Рисунок 4.3 – Зависимость концентрации этанола в дистилляте от флегмового числа при $\Delta t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $F = 0,09\text{ м}^2$

Величина коэффициента теплоотдачи при движении теплоносителя в полости дефлегматора по схеме, представленной на рисунке 3.1 г, составила $3000 - 8000\text{ Вт}/(\text{м}^2\text{K})$.

При организации гравитационного стекания теплоносителя в виде пленки по внутренней поверхности дефлегматора, рисунок 3.1 б, усложняется поддержание температуры конденсата в заданном соответствии с температурой контактирующего пара по высоте колонны [105].

Наиболее перспективным является создание пленочного восходящего течения теплоносителя на поверхности дефлегматора [105] (рисунок 3.1 в). В этом случае, значения коэффициента теплоотдачи составили 8000 – 16000 Вт/(м²К), что позволяет достигать требуемой температуры конденсата на верхней ступени колонны, при меньшем расходе теплоносителя.

Величина коэффициента теплоотдачи, при конденсации паров смеси этанол-вода на поверхности дефлегматора, составила 7000 – 10000 Вт/м²К.

Изменение температуры теплоносителя в дефлегматоре по высоте колонны представлено на рисунке 4.4. Как установлено, наибольшее количество конденсата образуется на нижней ступени колонны и достигало 1,7 кг/ч, на верхней ступени – 0,6 кг/ч. Величина коэффициента теплоотдачи при испарении конденсата на поверхности верхних пластин и удельной тепловой нагрузке 10000 – 30000 Вт/м², составила 80 – 96 Вт/(м² К).

Согласно полученным данным, на величину концентрации этанола в дистилляте оказывает влияние тепловой поток поднимающихся паров из куба, флегмовое число и поверхности контакта.

При эффективности ступени в колонне равной 0,45 (две верхние пластины), вклад дефлегматора на общую эффективность ступени составил 13 %, вклад нижней и средней пластины не более 25 %. Наибольший вклад в укрепление смеси дают процессы испарения и конденсации, протекающие на верхних пластинах ступени.

Эффективность ступеней по высоте исследованной колонны также не одинакова, и согласно (3.2), во многом зависит от плотности орошения конденсата, расхода паров и температуры охлаждающей воды, подаваемой в дефлегматор. Например, при наличии четырех пластин на ступени, при

укреплении смеси этанол-вода в нижней части колонны, общая эффективность в среднем составила 0,4, а на верхних ступенях 0,6.

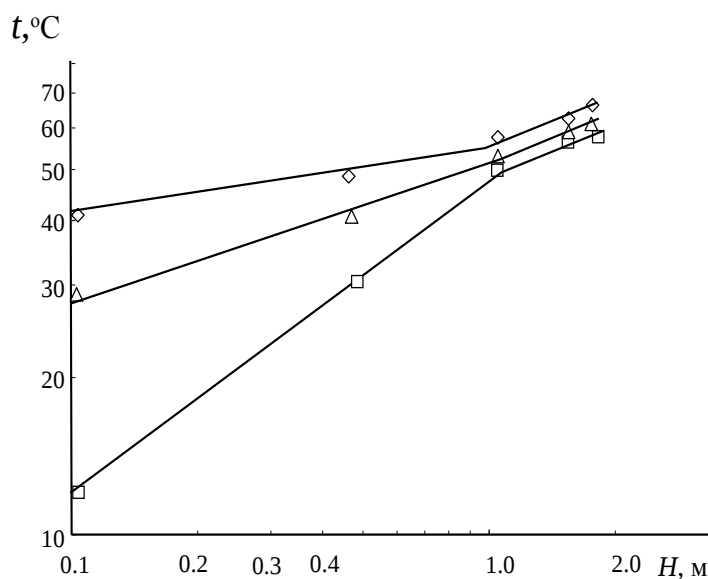


Рисунок 4.4 – Изменение температуры воды в дефлегматоре по высоте колонны при варьировании начальной температуры теплоносителя при $L_w = 0,06$ кг/с, $y_{in} = 30$ % мас, $y_{out} = 92$ % мас

Требуемую концентрацию этанола в дистилляте, при заданной производительности (постоянном флегмовом числе), в колонне можно обеспечить установкой необходимого количества верхних пластин на ступени, подбором тепловой нагрузки и изменением плотности орошения флегмы на ступенях.

Также можно заключить, что независимо от интенсивности перемешивания жидкости (при тангенсе угла наклона равновесной кривой $m = 0,3 - 0,5$), эффективность ступеней при термической ректификации превышает эффективность при адиабатической ректификации в 2,5 – 3,0 раза.

При осуществлении термической ректификации, скорость пара на нижней ступени колонны, в зависимости от тепловой нагрузки составила 0,2 – 0,6 м/с. Вследствие наличия конденсаторов, скорость поднимающихся паров по высоте колонны уменьшается и на верхней ступени составила 0,03 – 0,1 м/с в зависимости от количества отбираемого дистиллята [115].

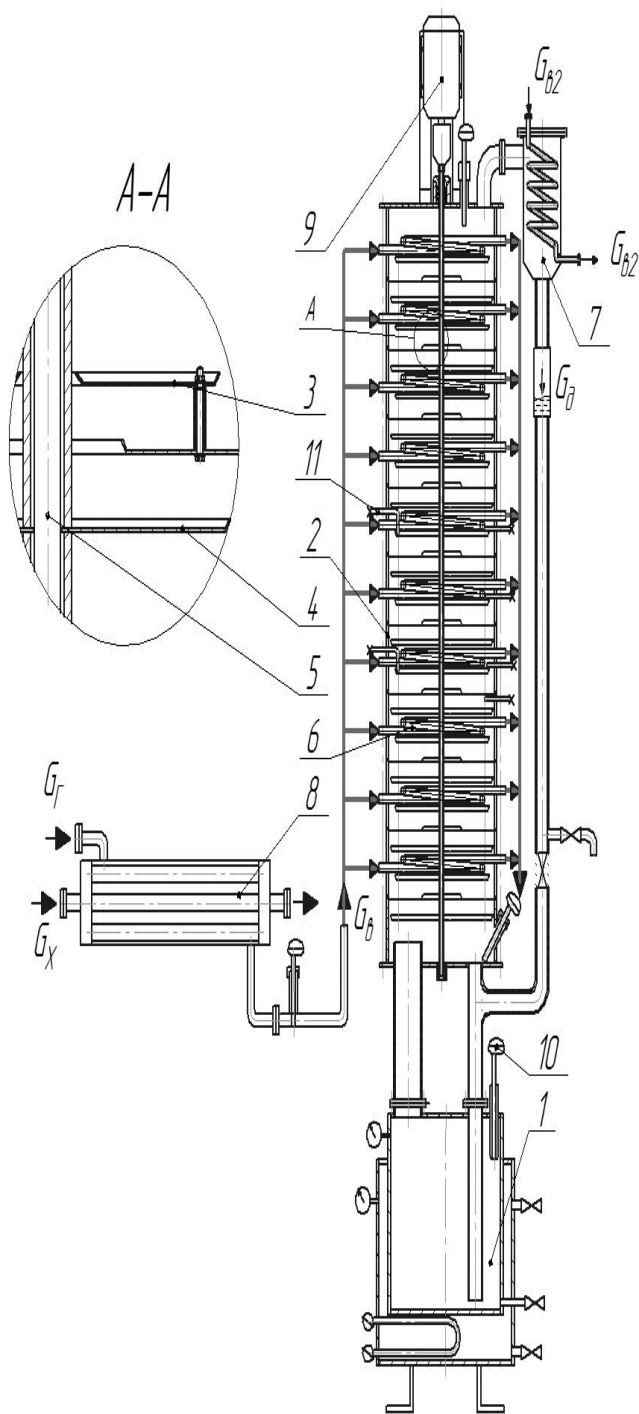
Сопротивление колонны с 24 ступенями, выполненными из пластин, не превышало 40 Па, при количестве жидкости на всех пластинах 2,5 кг.

В этой связи, контактные ступени, выполненные из пластин, вследствие их низкого гидравлического сопротивления, рекомендуется использовать для укрепляющих термических колонн, работающих под вакуумом, а также для обработки взрывоопасных и ценных продуктов.

Промышленные образцы колонн, реализующие термическую ректификацию, состоящие из пластин, рекомендуется выполнять в модульном исполнении либо в колонном аппарате с трубчатыми дефлегматорами, установленными по высоте установки [117].

При конструировании рассматриваемых колонн термической ректификации, с целью достижения интенсификации процесса разделения, следует учитывать летучесть компонентов смеси, температуру образованного на ступенях конденсата и его удельный расход на единицу поверхности, реализующей термические эффекты.

Интенсификация процесса. Для интенсификации процесса массообмена в жидкости, размещенной на нижних пластинах ступени, изготовлена и исследована колонна с десятью ступенями, представленная на рисунке 4.5. Согласно полученным данным, рисунок 4.6, точки 1 и 2, общая эффективность $E = N_t / N_r$ составила 0,5 – 1,0. При этом установлено, что при вращении стекающей флегмы на нижних пластинах, с увеличением концентрации этанола в смеси, эффективность ступени возрастает, тогда как, при исследовании процесса ректификации на неподвижных пластинах, изменение концентрации этанола не оказывает существенного влияния на эффективность, рисунок 4.6, точки 3 и 4. Это подтверждает сделанный ранее вывод о том, что вращение пластины интенсифицирует процесс массообмена не только в жидкой, но и в паровой фазе.



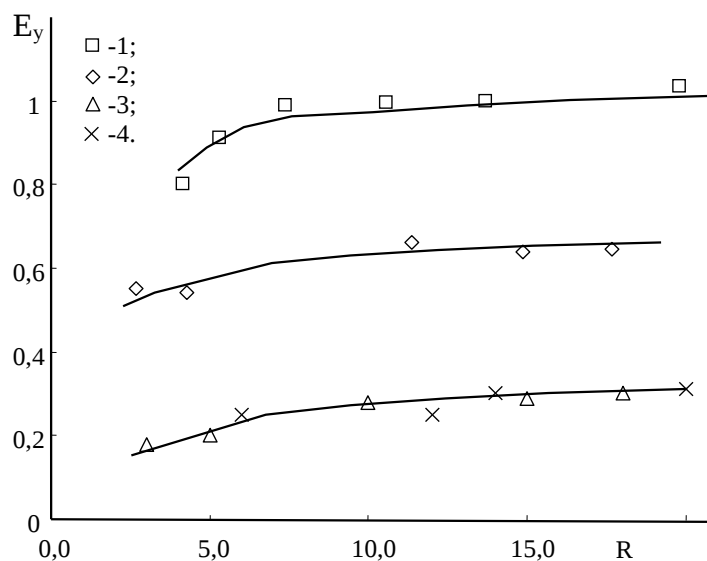
а)



б)

1 – куб; 2 – корпус; 3 – ступень; 4 – вращающаяся пластина; 5 – вал;
6 – дефлегматор; 7 – конденсатор; 8 – теплообменник; 9 – электродвигатель;
10 – термометр; 11 – пробоотборник

Рисунок 4.5 – Схема колонны (а) и общий вид установки (б) с вращающимися нижними пластинами:



Экспериментальные точки (1–4): 1 – $x = 15-28$ % мас; 2 – $x = 2-9$ % мас; 3,4 – неподвижные пластины: 3 – $x = 15-28$ % мас; 4 – $x = 2-9$ % мас.

Рисунок 4.6 – Зависимость общей эффективности ступени от флегмового числа, при $n = 900$ об/мин

Согласно полученным данным общая эффективность ступени составила $E \approx n^{0,2-0,4}$.

Сравнение показателей укрепляющей колонны насадочного типа при адиабатной ректификации и колонны, выполненной из пластин при термической ректификации при получении абсолютированного этанола концентрацией 99,5 % мас. под вакуумом из паров спирта ректификата, при теоретическом числе ступеней 20, представлено в таблице 4.1. В насадочной колонне использована спирально - призматическая насадка [60,65], скорость пара по сечению колонны принята 0,59 – 1 м/с [60], высота эквивалентная теоретической ступени (ВЭТС) составила 100 мм.

Колонна, выполненная из пластин, состояла из 30 модулей. За конструкцию модуля принята колонна, изученная в настоящей работе (рисунок 4.1), диаметром 300 мм, и высотой ступени 70 мм, содержащей две верхние пластины.

Таблица 4.1 – Сравнительные показатели укрепляющих колонн, работающих под вакуумом, для получения абсолютированного этанола, производительностью 7000 дал/сут

Наименование	Насадочная колонна [60, 103]	Термическая колонна из пластин	Термическая колонна с вращающимися нижними пластинами
Диаметр, м	2,6	Модуль 300 мм	Модуль 300 мм
Количество ступеней, шт	–	50	20
Высота колонны, м	2	3,5	1,4
Масса: – корпуса, кг – насадки, кг	1060 7540	840 1430	380 572
Гидравлическое сопротивление колонны, Па	1720	194	78
Скорость пара по сечению колонны, м/с	1	1,1	1,1
Эффективность контактной ступени; E_y /ВЭТС, мм	– / 100	0,4 / 175	1,0 / 70

Согласно представленным в таблице 4.1 данным, применение колонн термической ректификации позволяет снизить в 4 раза массу установки и уменьшить ее габариты, а также снизить градиент давления по высоте

колонны. Одним из неоспоримых преимуществ колонны термической ректификации, в сравнении с насадочной, является обеспечение равномерного распределения флегмы по ее сечению, вследствие создания флегмы на каждой ступени.

4.2 Исследование колонны с вихревыми контактными ступенями при термической ректификации

Схема вихревой колонны и общий вид установки представлены на рисунке 4.7.

Как показали исследования, подвод теплоносителя в рубашки (рисунок 3.15а), размещенные на наружной поверхности царг колонны, с целью нагревания или охлаждения рабочей жидкости на ступени, не позволил существенно интенсифицировать процесс укреплении смеси этанол-вода. Увеличение эффективности контактной ступени составило не более 10 %. аналогичный результат был получен в работе [85]. Осуществление подачи охлаждающей воды в конденсаторы по схеме, представленной на рисунке 3.15б, также оказалось не эффективным, по причине наличия градиента температуры пара на ступени и воды в дефлегматоре Δt , который составил в нижней части колонны 40 – 76°C, а в верхней 8 – 25°C, что затрудняет поддержание определенного расхода конденсата по ступеням. Гидравлическое сопротивление вихревой ступени, при скорости паров в каналах завихрителя 10 – 30 м/с, достигло величины 500 – 2500 Па.

При подключении охлаждающей воды в конденсаторы по схеме, рисунок 3.15в, в колонне с 25 контактными ступенями достигнута концентрация этанола в дистилляте 96,2 % об. (рисунок 4.7), тогда как при адиабатной ректификации эта величина не превысила 92 % об.

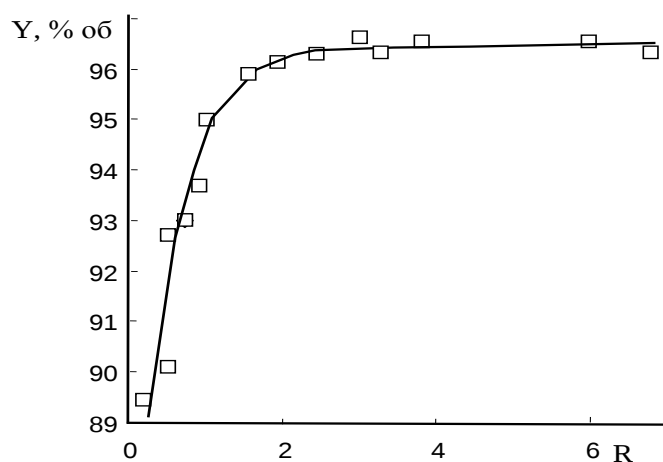
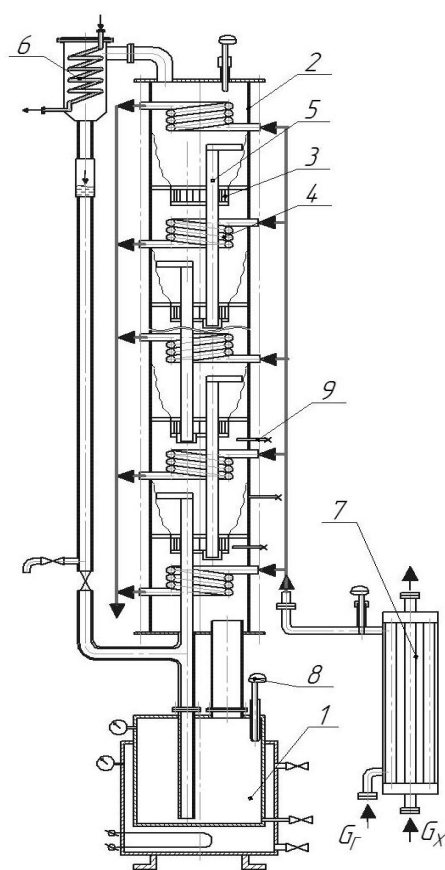


Рисунок 4.7 – Зависимость концентрации этанола в паре на верхней ступени колонны от флегмового числа при кольцевом режиме и $x_0 = 45\%$ мас.



а)



б)

1 – куб; 2 – корпус; 3 – вихревая ступень; 4 – дефлегматор; 5 – переток;
6 – конденсатор; 7 – теплообменник; 8 – термометр; 9 – пробоотборник;

Рисунок 4.8 – Схема колонны (а) и общий вид установки (б) с вихревыми контактными ступенями

При этом общая эффективность контактной ступени в области высоких концентраций этанола в смеси, по сравнению с адиабатной ректификацией, увеличилась до трех раз.

Так как эффективность ступени при высоких концентрациях этанола, рисунок 4.9, рассчитанная по уравнению (2.10), составила больше единицы можно предположить, что на вихревых ступенях образуется несколько зон тепломассообмена как на ступени, так и на поверхности дефлегматора.

Наибольшее увеличение эффективности разделения при термической ректификации, в сравнении с адиабатной, достигается при разности температуры пара на ступени и охлаждающей воды в конденсаторе $\Delta t = 8 - 25$ °C (рисунок 4.10), что обеспечивает парциальную конденсацию и испарение легко летучего компонента.

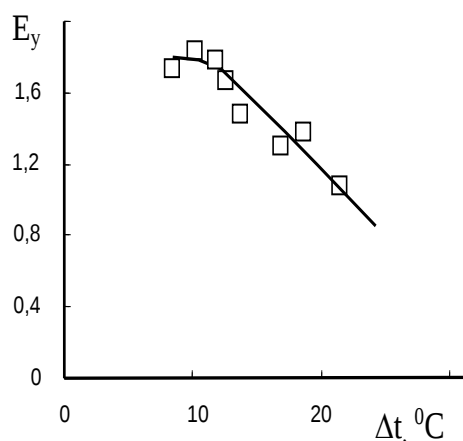
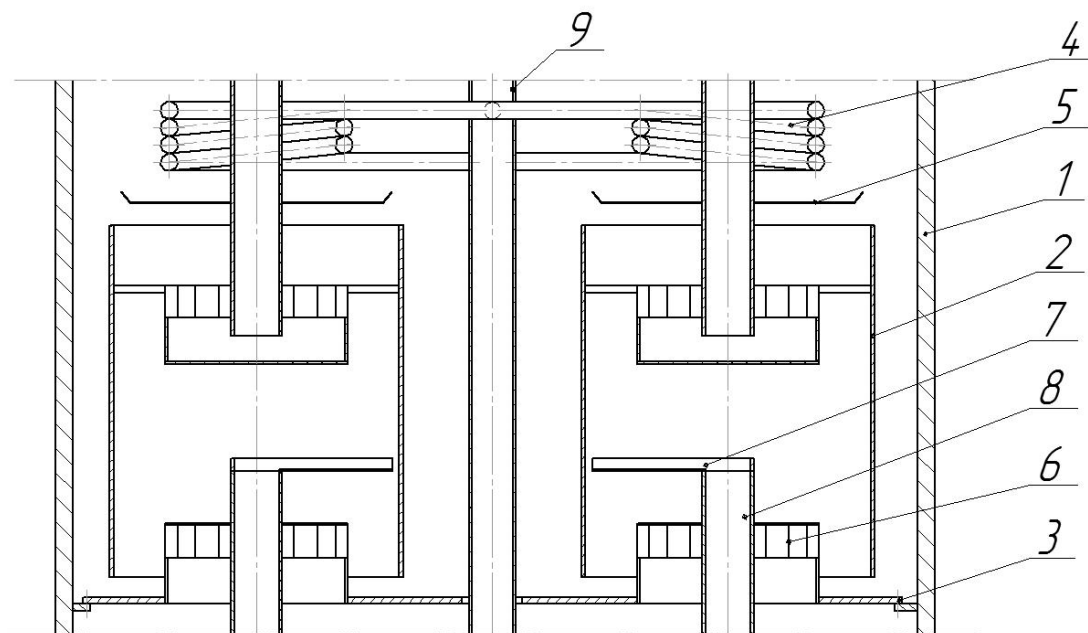


Рисунок 4.9 – Зависимость эффективности контактной ступени при кольцевом режиме от разности температур при $m = 0,32$

Как установлено, параллельное подключение охлаждающей воды в змеевики (рисунок 3.15в) позволяет поддерживать разность температур на ступенях Δt по высоте колонны примерно одинаковой. Величина коэффициента теплопередачи в конденсаторах составила (100 – 300) Вт/(м² К), а тепловой поток, передаваемый от конденсируемого пара к охлаждающей воде в конденсаторе на контактной ступени, составил (80 – 110) Вт.

Промышленный вариант колонны с вихревыми контактными ступенями представлен на рисунке 4.10, в которой термические эффекты обеспечиваются на поверхности конденсаторов 4 [56].



1 – корпус; 2 – вихревая камера; 3 – вихревая ступень; 4 – конденсатор; 5 – пластина; 6 – завихритель; 7 – сливная планка; 8 – переток; 9 – трубы для подвода и отвода теплоносителя

Рисунок 4.10 – Схема термической колонны с вихревыми контактными ступенями

Согласно экспериментальным и расчетным данным, для обеспечения производительности вихревой колонны 7000 дал/сут, необходимо установить на ступени 51 контактное устройство вихревого типа (рисунок 2.6), диаметром 100 мм и обеспечить поверхность дефлегматора над ней $0,51 \text{ м}^2$. Поддержание заданной скорости пара в каналах завихрителя по высоте колонны осуществляется уменьшением количества контактных устройств на ступенях.

Сравнение параметров вихревой термической спиртовой колонны, рисунок 4.10, и спиртовой колонны колпачкового типа, при адиабатной ректификации, представлено в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Сравнительные показатели спиртовых колонн
производительностью 7000 дал/сут

Наименование ступени	Колпачковая стандартная [101]	Вихревая термическая
Высота аппарата, м	19	7,5
Диаметр аппарата, м	2	1,5
Число контактных ступеней, шт	64	25
Фактор скорости, $\text{м/с}(\text{кг/м}^3)^{0,5}$	1,6	5
Межтарельчатое расстояние, м	300	300
Масса колонны, кг	16500	5000

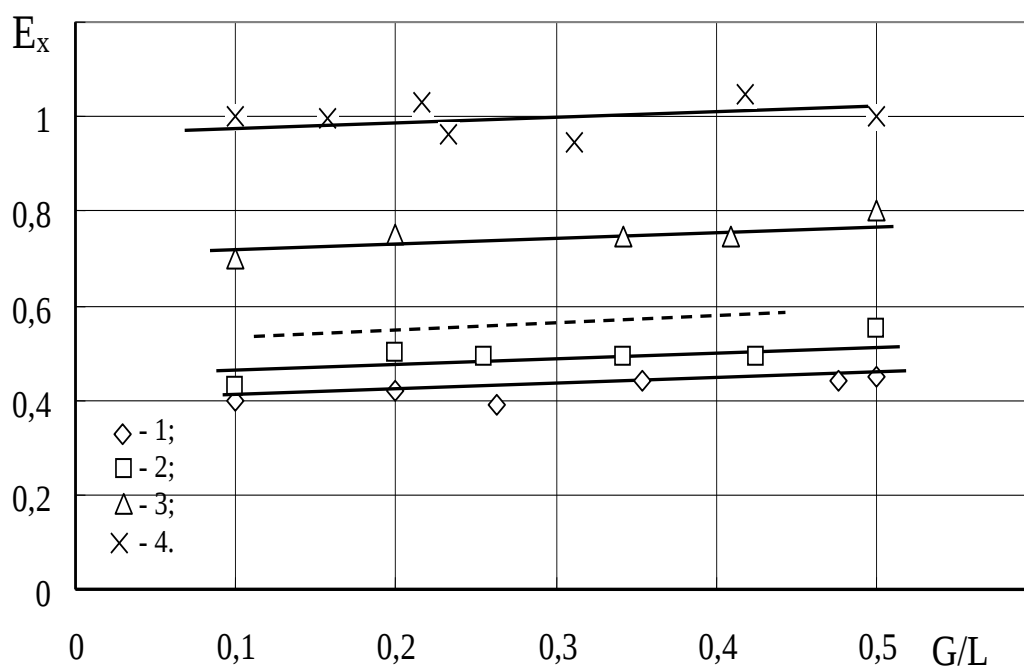
Согласно представленным данным, применение вихревой колонны при термической ректификации позволяет уменьшить высоту аппарата в 2 раза и массу в 3 раза, а также увеличить диапазон устойчивой работы колонны.

4.3 Исследование термической ректификации в колонне со стекающей пленкой

Пленочные ректификационные колонны просты в конструктивном исполнении, обладают низким гидравлическим сопротивлением, небольшим временем пребывания обрабатываемого продукта в аппарате, позволяют значительно сократить застойные зоны, и тем самым, уменьшить накопление отложений в аппарате [1]. Все это вызывает определенный интерес к их применению, например, в качестве исчерпывающих колонн в технологических линиях химической переработки биомассы древесины.

Согласно результатам исследований, представленных в главе 3, осуществление термической ректификации в пленочных аппаратах позволяет интенсифицировать исчерпывание легколетучего компонента из жидкости не только за счет массообмена между фазами, но и путем целенаправленного

и процессом абсорбции (рисунок 4.12, пунктирная линия), по причине высокого сопротивления массопереносу в паровой фазе. Следует также отметить, что с уменьшением разности температуры кипения между пленкой жидкости и температурой теплопередающей поверхности происходит интенсификация процесса укрепления. Так снижение температуры теплоносителя на 2 – 3⁰С позволило увеличить концентрацию этанола в дистилляте Y_d в 1,2 – 1,4 раза, что согласуется с данными [4].



Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – дистилляция при начальной температуре пленки 98 °С; 2 – адиабатическая ректификация; 3 – термическая ректификация (рисунок 4.12 в); 4 – термическая ректификация $G/G_d = 1 - 3$ и $T_0 = (55 - 80)^0\text{С}$. Пунктирная линия – абсорбция кислорода водой

Рисунок 4.12 – Эффективность пленочной колонны от параметра G/L при $x = 1,0 - 2,0$ % масс

Высокая эффективность $E_x = 0,9 - 1$ пленочной колонны была достигнута (рисунок 4.12, точки 4) при одновременном подводе насыщенных паров в межтрубное пространство колонны и пузырьковом кипении стекающей пленки, создаваемым путем ввода первичного пара в трубку, согласно схеме

представленной на рисунке 4.11в. В этом случае, поток дополнительного пара приводит к снижению сопротивления массопереносу в жидкой фазе, что и интенсифицирует процесс исчерпывания.

Как установлено, наибольшая эффективность достигается при отношении потоков пара, поступающего в колонну G и полученного при выпаривании G_d , равном $G/G_d = 1 - 3$, что показано на рисунке 4.13. В этом случае, поступающий в межтрубное пространство пар снижает сопротивление массопереносу в паровой фазе, а дополнительный поток паров осуществляет турбулизацию жидкой фазы.

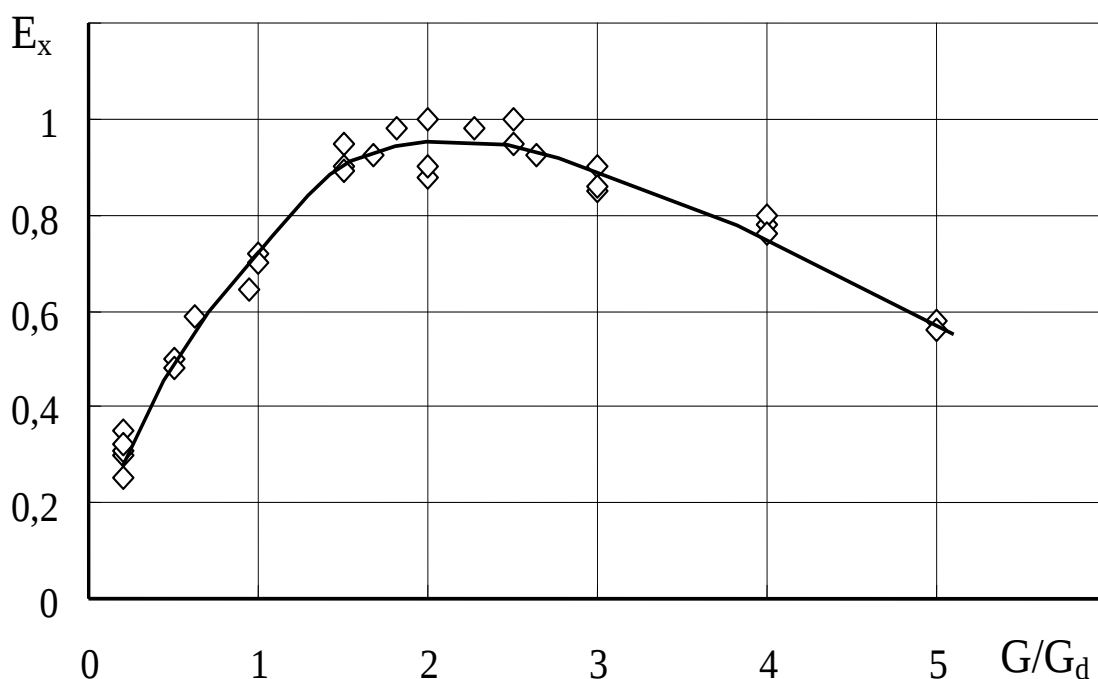


Рисунок 4.13 – Зависимость эффективности колонны от соотношения потоков при температуре пленки на начальном участке $t = (60 - 80)^\circ\text{C}$

При этом, наибольшая эффективность достигается при поддержании температуры пленки жидкости на начальном участке трубы равной $(55 - 80)^\circ\text{C}$, рисунок 4.14.

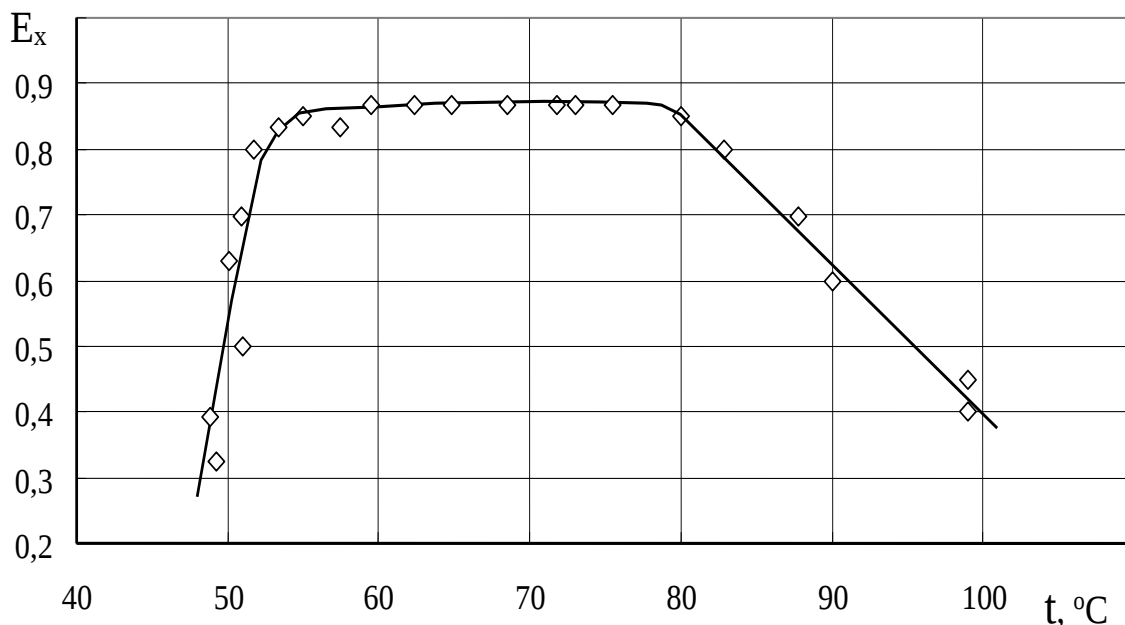


Рисунок 4.14 – Зависимость эффективности пленочной колонны от температуры стекающей пленки на начальном участке, при $G/G_d = 1 - 2$

На основании проведенных исследований, разработан способ неадиабатической ректификации, заключающийся в разделении смеси на низко кипящую фракцию и высоко кипящую фракцию, при противоточном контакте потока пара, поступающего на ректификацию с жидкостной пленкой бражки, стекающей по теплообменной поверхности, при дополнительном подводе теплового потока с обратной стороны теплообменной поверхности, отличающийся тем, что температуру в стекающей пленке на входном участке теплообменной поверхности поддерживают в интервале $55 - 80\text{ }^\circ\text{C}$, соотношение теплообменной поверхности входного участка к общей теплообменной поверхности выполняют равным $S_1/S = 0,1 - 0,3$, а отношение расхода пара, поступающего на ректификацию G , к расходу паров испарения, образованного дополнительным подводом теплового потока с обратной стороны теплообменной поверхности G_d , поддерживают в соотношении $G/G_d = 1 - 3$.

Установленные параметры процесса неадиабатической ректификации позволили разработать исчерпывающую пленочную колонну, работающую на основе термических эффектов, по схеме, представленной на рисунке 4.11в.

Согласно данным, представленным в таблице 4.3, при начальной концентрации этанола в бражке 2 % об. и производительности 80 м³/ч, потребуется пленочная колонна высотой 12 м. При начальной температуре бражки 60 °С, концентрация этанола в конденсате составит 25 – 30 % об. При скорости пара по сечению аппарата 2 м/с, диаметр колонны составил 1,5 м, а ее металлоемкость, по сравнению с колпачковой бражной колонной [103], снизилась на порядок. Пленочная колонна при термической ректификации также имеет меньшее сопротивление и количество застойных зон.

Таблица 4.3 – Сравнительные показатели бражных колонн при производительности по бражке 80 м³/ч

Наименование	Колпачковая [101]	Вихревая [101]	Пленочная
Диаметр, м	2,6	1,2	1,5
Количество ступеней, шт / ВЭТС, мм	22 / 1,8	14 / 0,5	– / 1,6
Высота колонны, м	13,2	6	12
Масса колонны, кг	23000	4000	5600
Гидравлическое сопротивление колонны, Па	30320	31918	240
Скорость пара по сечению колонны, м/с	1,5	3,8	2,1
Эффективность контактной ступени	0,33	0,6	1
Расход первичного пара, кг/с	2,84	2,28	2,28

Выводы по главе 4

1. Общая эффективность вихревых и пластинчатых ступеней при термической ректификации превышает эффективность этих же ступеней при адиабатической ректификации в 2,5 – 3,0 раза. Эффективность ступеней по высоте колонны не одинакова и зависит не только от конструктивного выполнения ступени, но от плотности орошения конденсата, расхода поднимающихся паров и температуры охлаждающей воды, подаваемой в дефлегматор. Наибольшее укрепление паров смеси в колонне с вихревыми и пластинчатыми ступенями достигается в интервале значений температуры $\Delta t = 8 - 30$ °С. Уменьшение концентрации этанола в дистилляте при $\Delta t < 8$ °С вызвано нарушением смачиваемости, а при $\Delta t > 30$ °С обусловлено снижением интенсивности испарения флегмы.

2. Высота единиц переноса в колонне со ступенями из пластин при термической ректификации достигает 0,1 м, при сопротивлении колонны 40 Па и удельной массе жидкости на ступени 2,5 кг/м². В этой связи, контактные ступени, выполненные из пластин, вследствие их низкого гидравлического сопротивления, рекомендуется использовать для укрепляющих колонн, работающих под вакуумом, а также для обработки взрывоопасных и ценных продуктов. Вихревые ступени, как более производительные, перспективны для многотоннажных производств.

3. Разработаны и исследованы конструкции дефлегматоров (конденсаторов) для колонн термической ректификации. Установлено, что наиболее перспективными являются теплообменные устройства, реализующие восходящее пленочное течение теплоносителя, позволяющие достигать заданный перепад температур и обеспечивать высокие значения коэффициента теплоотдачи в интервале 8000 – 16000 Вт/(м²К).

4. Осуществлена интенсификация процесса термической ректификации в колонне со ступенями, выполненными из пластин, путем снижения сопротивления массоопереносу в жидкой и паровой фазах,

вследствие подачи стекающей флегмы на поверхность вращающихся пластин, что позволило получить общую эффективность равную 1,0.

5. Представлены сравнительные показатели укрепляющих вакуумных колон на примере получения абсолютированного этанола концентрацией 99,5 % об, производительностью 7000 дал/сут. Показано снижение металлоемкости аппарата в 4 раза и габаритов установки, работающей в режиме термической ректификации, по сравнению с адиабатной.

6. Осуществлена интенсификация процесса массообмена в паровой и жидкой фазе при термической ректификации в пленочных аппаратах со стекающей пленкой, путем целенаправленного воздействия на процесс термическими эффектами, вызванными испарением и конденсацией. Подтверждено, что с уменьшением разности температур между кипением пленки жидкости и стенки теплопередающей поверхности достигается интенсификация процесса укрепления в 1,4 раза.

7. Разработан способ ректификации бражки в пленочной колонне на основе эффектов, вызванных термической ректификацией. Представлены показатели бражной колонны, которые показывают существенное снижение металлоемкости и габаритов установки, по сравнению с известными бражными колоннами колпачкового и вихревого типа.

Условные обозначения:

Подстрочные: *c* – конденсат; *d* – дистиллят; *w*– вода; *deph* – дефлегматор; *in* – вход; *out* – выход; *ther* – термический; *ad* – адиабатный.

Основные результаты и выводы по работе.

1. Подтверждена высокая эффективность способа термической ректификации, заключающего в частичной конденсации поднимающихся паров разделяемой смеси паров и дальнейшем воздействии на полученный конденсат тепловым потоком, до ввода его в стекающую флегму. Получены зависимости для расчета эффективности контактных устройств с низким и высоким массообменном учитывающие их конструктивные и технологические параметры. Установлено, что наибольший вклад в укрепление паров на ступени с низким массообменом обеспечивают процессы испарения и конденсации, протекающие на верхних пластинах контактных устройств, а на ступенях с высоким массообменом большее влияние на процесс ректификации оказывает парциальная конденсация.

2. Исследование процесса разделения в многоступенчатых колоннах, показали увеличение общей эффективности ступени при термической ректификации в 3 – 4 раза, в сравнении с адиабатной ректификацией. Для ступеней с низким массообменном высота единиц переноса достигла 0,1 м, сопротивление колонны не превысила 40 Па. Эффективность колонны с высоким массообменном на ступени составила 1 – 1,6. Максимальное укрепление паров легколетучим компонентом в колоннах термической ректификации достигается при поддержании разности температур теплоносителя и паров на ступенях равной 8 – 30 °С. Для колонн со стекающей пленкой эффект от не адиабатной ректификации возрастает с уменьшением разности температур кипения жидкости и теплопередающей поверхности, концентрации легколетучего компонента в смеси, а также с повышением расхода конденсата и времени его пребывания на ступени.

3. Осуществлена интенсификация процесса термической ректификации в колонне с низким массообменном, за счет вращения нижних пластин контактных ступеней, что позволило увеличить процесс массообмена как в жидкой, так и паровой фазах и получить эффективность равную единице. При

перемешивании поднимающихся паров смеси в пленочной колонне эффективность укрепления от парциальной конденсации возросла в 1,4 раза.

4. Исследованы различные системы подачи теплоносителя в разработанных дефлегматорах, размещенных на ступенях. Установлено, что наиболее перспективным способом теплосъема является пленочное восходящее течение теплоносителя, который позволяет достигать требуемую температуру конденсата при меньшем расходе теплоносителя и обеспечить сравнительно высокие значения коэффициента теплоотдачи 8000 – 16000 Вт/(м²К).

5. Сравнение колонн термической ректификации с установками адиабатной ректификации показало, что внедрение разработанных колонн обеспечит снижение их высоты в два раза и капитальные затраты в 3 – 4 раза.

Список литературы

1. Олевский, В. М. Пленочная тепло – и массообменная аппаратура (Процессы и аппараты химической и нефтехимической технологии)/ В.М. Олевский, В.Р. Ручинский, А.М. Кашников, В.И. Чернышев. – М.: Химия, 1988. 240 с.
2. Владимирова, Т. М. Применение парциальной конденсации для повышения качества таловых продуктов: дис. ... канд. техн. наук. – Архангельский гос. техн. ун-т. – Архангельск, 2006. – 166с.
3. Владимирова, Т. М. Моделирование процесса ректификации и парциальной конденсации при разделении таллового масла / Т. М. Владимирова, О. М. Соколов, С. И. Третьяков // Известия высших учебных заведений. Лесной журнал. – 2006. – № 3. – С. 151 – 153.
4. Пат. Российская Федерация 2102104, B01D3/28, B01D3/14. Способ разделения многокомпонентных смесей близкикопнящих и гомогенно-растворимых жидкостей / Сайфутдинов А. Ф., Пархоменко Е. Д.; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 95114938; заявл. 21.08.95; опубл. 20.01.98 Бюл. № 2. – 3с.
5. Малюсов, В. А. Тепло – и массообмен в процессе ректификации / В. А. Малюсов, В. А. Лотхов, Е. В. Бычков, Н. М. Жаворонков // Теоретические основы химической технологии. – 1975. – № 1(9). – С. 3 – 10.
6. Умрихин, Е. Д. Исследование сопряженного тепломассообмена при ректификации многокомпонентных спиртовых смесей с учетом термических эффектов / Е. Д. Умрихин, Е. Н. Константинов // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. – 1999. – № 4. – С. 58 – 61.
7. Холпанов, Л. П. Расчет массообмена при ректификации многокомпонентных смесей с учетом тепловых эффектов / Л. П. Холпанов, Е. Я. Кенинг, В. А. Малюсов, Н. М. Жаворонков // Теоретические основы химической технологии. – 1981. – № 1(15). – С. 3 – 11.

8. Александров, И. А. Тепло – и массообмен при ректификации в барботажном слое / И. А. Александров, С. А. Гройсман // Теоретические основы химической технологии. – 1975. – № 1(9). – С. 11 – 19.
9. Умрихин, Е. Д. Термические эффекты при ректификации пищевого этилового спирта / Е. Д. Умрихин, Е. Н. Константинов // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. – 1999. – № 1. – С. 55 – 59.
10. Умрихин, Е. Д. Математическое моделирование массообмена при ректификации многокомпонентных спиртовых смесей в малогабаритных установках: дис. ... канд. техн. наук. Кубанский гос. технолог. ун-т. – Краснодар, 2000. – 166 с.
11. Лаптев, А. Г., Основы расчета и модернизация тепломассообменных установок в нефтехимии / А. Г. Лаптев, М. И. Фарахов, Н. Г. Минеев // Монография. – Казанский гос. энерг. ун-т. – Казань, 2010. – 574 с.
12. Лаптев, А. Г. Сборник научных трудов Инженерно-внедренческого центра «Инжехим». – Казань: Вестфалика, 2012. – 409 с.
13. Елизаров, Д. В. Прототипирование массообменных аппаратов со ступенчатым контактом фаз: автореф. дис. ... д-ра. техн. наук. Казанский нац. исслед. технолог. ун-т. – Казань, 2016. – 36 с.
14. Гордон, Л. В. Технология и оборудование лесохимических производств/ Л. В. Гордон, С. О. Скворцов, В. И. Лисов. – М.: Лесн. пром-сть, 1988. – 360 с.
15. Славянский, О. К. Химическая технология древесины / О. К. Славянский [и д.р.] // – М.: Гослесбумиздат, 1962. – 577 с.
16. Чудинов, С. В. Справочник лесохимика / С. В. Чудинов, А. Н. Трофимов, Г. А. Узлов // – М.: Лесная промышленность, 1987. – 172 с.
17. Дёмин, В. А. Технология и оборудование лесохимических производств. – Сыктывкарский лесной институт. – Сыктывкар, 2013. – 119 с.
18. Радбиль, А. Б. Разработка научно – прикладных основ технологических процессов глубокой переработки скипидара и внедрение их в производство: автореф. дис ... д-ра техн. наук. Сибирский гос. технолог. ун-т. – Красноярск, 2009. – 39 с.

19. Трофимов, А. Н. Методика расчета выхода продуктов ректификации таллового масла / А. Н. Трофимов, В. А. Чупрова, Б. С. Змачинский // Гидролизн. и лесохим. промышленность. – 1988. – № 5. – С. 67 – 87.
20. Трофимов, А. Н. Сравнительный анализ схем ректификации таллового масла / А. Н. Трофимов // Гидролизн. и лесохим. промышленность. – 1980. – № 3. – С. 19 – 20.
21. Жукова, И. П. Проблема ректификации таллового масла из древесины лиственных пород / И. П. Жукова, Г. А. Узлова, В. Я. Мухина, Г. М. Кубецкий // Гидролизн. и лесохим. пром-сть. – 1978. – № 1. – С. 4 – 7.
22. Литвиненко, Н. И. Совершенствование работы установки для ректификации таллового масла / Н. И. Литвиненко // Гидролизн. и лесохим. пром-сть, – 1976, – № 7. – С. 23 – 24.
23. Селянина, Л. И. Получение концентрата нальмитиновой кислоты на установке парциальной конденсации / Л. И. Селянина // Лесн. журнал. – 1999. – № 5. – С. 82–86.
24. Выродов В. А. Технология лесохимических производств / В. А. Выродов [и д.р.] // – М.: Лесная промышленность, 1987. – 352 с.
25. Кейтс М. Техника липидологии / М. Кейтс // – М.: Мир, 1975. – 322 с.
26. Прохорова, М. И. Методы биохимических исследований (липидный и энергетический обмен): учеб. пособие для студ. вузов / М. И. Прохорова, Л. А. Золотова, М. А. Флеров; под ред. М. И. Прохоровой. – Л.: Изд. Ленингр. ун – та, 1982. – 272 с.
27. Бергельсон, Л. Д. Препаративная биохимия липидов / Л. Д. Бергельсон [и д.р.] // – М.: Наука, 1981. – 259 с.
28. Степанов, А. Е. Физиологически активные липиды. / А. Е. Степанов [и д.р.] – М.: Наука, 1991.– 135 с.
29. Гусакова, С. Д. Липиды некоторых лекарственных растений / С. Д. Гусакова, Г. А. Степаненко, Д. Т. Асимбекова [и д.р.] // Раст. ресурсы. – 1983. – № 4. – С. 444 – 445.

30. Журавлева, Л. Н. Переработка древесной зелени хвойных с использованием сжиженных углеводов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Сибирский гос. технолог. ун-т. – Красноярск, 2005. – 21 с.
31. Исаева, Е. В. Комплексная переработка вегетативной части тополя бальзамического с получением биологически активных веществ: автореф. дис. ... д-ра. техн. наук. Сибирский гос. технолог. ун-т. – Красноярск, 2008. – 43 с.
32. Рязанова, Т. В. Комплексная переработка коры хвойных пород с получением экстрактов с заданными свойствами: автореф. дис. ... д-ра. техн. наук. Сибирский гос. технолог. ун-т. – Красноярск, 1999. – 44 с.
33. Шанина, Е. В. Переработка древесной зелени сосны обыкновенной с использованием водно-этанольных растворов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Сибирский гос. технолог. ун-т. – Красноярск, 2004. – 19 с.
34. Гурулёв, К. В. Техничко-технологические характеристики процесса биосинтеза биоразрушаемых полимеров и реализация опытного производства: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Сибирский гос. технолог. ун-т. – Красноярск, 2006. – 23 с.
35. Волова, Т. Г. Опытное производство биоразрушаемых полимеров / Т.Г. Волова // Биотехнология. – 2006. – №6. – С. 28 – 34.
36. Холькин, Ю. И. Технология гидролизных производств / Ю. И. Холькин // М.: Лесн. пром-сть, 1989. – Т. 1. – 496 с.
37. Шарков, В. И. Технология гидролизных производств / В. И. Шарков, С. А. Сапотницкий, О. А. Дмитриева // М.: Лесная промышленность, 1973. – 408 с.
38. Стабников, В. Н. Перегонка и ректификация этилового спирта / В. Н. Стабников // Киев: Техника, 1979. – 456 с.
39. Никитина, С. Ю. Разработка и научное обеспечение ресурсно сберегающих технологий ректификационной очистки пищевого этилового спирта: автореф. дис. ... д-ра. техн. наук. Воронеж. гос. ун-т инж. технологий. – Воронеж, 2016. – 32с.

40. Цыганков, П. С. Ректификационные установки спиртовой промышленности / П. С. Цыганков // – М.: Легкая и пищевая промышленность, 1984. – 336 с.
41. Черепов, Е. В. Обоснование и разработка технологии совмещенного производства абсолютированного спирта и биоэтанола: автореф. дис. ... канд. техн. наук. кубан. гос. технол. ун-т. – Краснодар, 2011. – 24 с.
42. Артамонов, А. М. Совершенствование технологии глубокой очистки пищевого спирта от сивушных масел: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Кубан. гос. технол. ун-т. – Краснодар, 2010. – 24 с.
43. Пат. СССР 929228, B03D3/28, F 25J 3/02. Пленочная парциально-конденсационная колонна / В. А. Герцовский, Е. Г. Копейко, В. И. Прохоров, В. М. Олевский; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 2690828/23-26; заявл. 01.12.1978; опубл. 23.05.1982, Бюл. № 19. – 4 с.
44. Пат. СССР 822838, B01D3/00, B01D5/00. Способ разделения смесей неадиабатической ректификацией / Е. Г. Копейко, В. М. Олевский, Д. М. Попов; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 2658939-23-26; заявл. 30.08.1978; опубл. 23.04.1981, Бюл. № 15. – 3 с.
45. Пат. СССР 255907, B01D. Аппарат для вакуумной неадиабатической ректификации. / И. Я. Городетский, Б. А. Лебедев, Л. А. Легочкина, В. М. Олевский; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 1245746/23-26; заявл. 01.06.1968; опубл. 04.11.1969, Бюл. № 34. – 2 с.
46. Пат. СССР 251683, B01D3/18. Колонна / А. А. Винтер, И. Я. Городетский, М. С. Фуркин, В. М. Олевский; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 1214881/23-26; заявл. 25.01.1968; опубл. 11.11.1969, Бюл. № 28. – 2 с.
47. Пат. СССР 356998, B01D3/30. Роторный ректификатор / В. А. Петров, Н. Ф. Евкин, В. Р. Ручинский, В. М. Олевский; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 921099/23-26; заявл. 11.09.1964; опубл. 31.10.1972, Бюл. № 33. – 3 с.
48. Пат. СССР 850099, B01D3/14. Способ термической ректификации / И. М. Плехов, В. П. Сивенков, В. Н. Гуляев; заявитель и патентообладатель:

авторы. – № 2862908/23-26; заявл. 11.11.1979; опубл. 30.07.1981, Бюл. № 28. – 2 с.

49. Пат. СССР 1291171, B01D3/26, Ректификационный аппарат / И. М. Плехов, В. А. Борович, В. Н. Гуляев, М. В. Самойлов, Н. П. Кохно; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 3965874/31-26; заявл. 21.10.1985; опубл. 23.02.1987, Бюл. № 7. – 3 с.

50. Кустов, А. В. Вихревые контактные ступени для ректификации / А. В. Кустов [и др.] // Химия растительного сырья. – 2008. – № 3. – С. 173 – 184.

51. Пат. Российская Федерация 006452, B01D 3/04, 1/06 ; C10G 7/00 ; F28F 1/00, 13/14. Компактная ректификационная установка для разделения смешанных текучих сред и ректификационный способ разделения таких смешанных текучих сред / Сайфутдинов А. Ф., Бекетов О. Е., Ладоскин В. С., Нестеров Г. А.; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 200401225; заявл. 20.03.2002; опубл. 25.09.2003, Бюл. № 1, № 6 – 44с.

52. Сайфутдинов, А. Ф. Ректификационная технология Линас. Путь к созданию высокорентабельных производств / А. Ф. Сайфутдинов [и др.] // Вестник химической промышленности. – 2002. – № 4 (24). – С. 26 – 41.

53. Saifutdinov, A.F. Distillation technology for the 21st century / A.F. Saifutdinov, O. E. Beketov, V. S. Ladoushkin, G. A. Nesterov. – Hydrocarbon Asia. – November/December , 2002. – p. 40 – 43.

54. Пат. Российская Федерация 2174028, B01D3/14, C10G7/00 Способ разделения жидкостей ректификацией / Лабутин В. А., Лабутина А. В.: заявитель и патентообладатель: Владимирский государственный университет. – № 97121782/12; заявл. 16.12.1997; опубл. 27.09.2001, Бюл. №34 – 3с .

55. Пат. Российская Федерация 2152240, B01D 3/26, B01D 3/30. Контактная тарелка для вихревых теплообменных аппаратов / Халитов Р. А.: заявитель и патентообладатель: автор. – № 96112796/12; заявл. 18.06.1996; опубл. 10.07.2000. – Бюл. № 6 – 3 с.

56. Пат. Российская Федерация 2437698, B01D3/14 C1. Способ ректификации / Войнов Н. А., Паньков В. А., Войнов А. Н. ; заявитель и патентообладатель: авторы. – № 2010118012/05; заявл. 04.05.2010 ; опубл. 27.12.2011, Бюл. № 36. – 7 с.
57. Пат. Российская Федерация 2445996, B01D3/14 C1. Ректификационная колонна / Войнов Н. А., Паньков В. А., Войнов А. Н. ; заявитель и патентообладатель: авторы. – №2010118010/05; заявл. 04.05.2010; опубл. 27.03.2012, Бюл. № 9. – 6 с.
58. Войнов, Н. А. Колонна с высокой разделяющей способностью на основе термической ректификации / Н. А. Войнов, О. П. Жукова, А. Н. Войнов // Новые достижения в химии и химической технологии растительного сырья: Материалы науч – практ. конф. г. Барнаул, 24.04.2012. – Барнаул, изд-во Алтайский государственный технологический университет, 2012. – С. 433 – 434.
59. Voinov, N. A. Hydrodynamics and Mass Exchange in Vortex Rectifying Column / N. A.Voinov, N. A. Nikolaev, A. V. Kustov // Russian Journal of Applied Chemistry. – 2009. – Vol. 82, No. 4. – p. 730 – 735.
60. Войнов, Н. А. Ректификация этилового спирта в колоннах со спирально-призматической насадкой / Н. А. Войнов, О. П. Жукова, А. Н. Войнов, В. А.Паньков // Техника и технология пищевых производств. – 2012. – № 4 (27). – С. 95 – 99.
61. Лаптев, А. Г. Эффективность тепломассообмена и разделения гетерогенных сред в аппаратах нефтегазхимического комплекса: монография. – Казань: Центр инновационных технологий, 2016. – 344с.
62. Коган, А. М. Контактные насадки промышленных тепломассообменных аппаратов: монография. – Казань: Отечество, 2013, – 454 с.
63. А.С. SU 1162445 А СССР, МПК В 01 D 3/30. Вакуумная ректификационная колонна / А. В. Шафрановский; заявитель и патентообладатель: автор. – № 3699219/23-26; заявл. 31.01.84; опубл. 23.06.85, Бюл. № 23. – 4 с.

64. Druba, K. Die Gewinnung von Reinstfettseuren in einemneuartigen Rektifikator "Konvapor" im Druckbereich zwischen I und 10-2 Torr / K. Druba // Chem. Techn. – 1972. – Vol. 24, № 5. – S. 284 – 287.
65. Крель, Э. Н. Руководство по лабораторной перегонке / Э. Н. Крель – М.: Химия. – 1980. – 521 с.
66. Дытнерский, Ю. И. Процессы и аппараты химической технолоии: учебник для вузов. Изд. 2-е. В 2-х кн. Часть 2. Массообменные процессы и аппараты. – М. : Химия, 1995. – 368 с.
67. Пат. СССР 1804897, В01D3/04 С1. Высокоскоростной центробежный тепломассообменный аппарат / В. И.Сиренко., А. Б. Тютюнников, Н. П. Погорелы.; заявитель и патентообладатель: Украинский научно-исследовательский институт химического машиностроения. – № 4397795/26. заявл. 27.09.1989; опубл. 30.03.93, Бюл. № 12. – 4 с.
68. Пат. СССР 443669, В01D3/30 С1. Центробежный ректификатор / О. И. Прокопов; заявитель и патентообладатель: Уфимский нефтяной институт. – №1824333/23-26; заявл. 29.08.72; опубл. 25.09.74, Бюл. № 35. – 3 с.
69. Пат. СССР 75482, В 01 D 3/30 С1. Центробежный ректификационный аппарат / П. М. Масленников; Заявитель и патентообладатель автор. – № 358252/ 1190-47; заявл. 21.05.1947; опубл. 01.01.1949, Бюл. № 23. – 2с.
70. А.С. СССР 1162445, В 01 D 3/30. Вакуумная ректификационная колонна / Шафрановский А. В.; заявитель и патентообладатель автор. – № 3699219/23-26; заявл. 31.01.84; опубл. 23.06.85, Бюл. №23. – 2с.
71. Пат. US 2993842 А, МПК В 01 D 3/10 С1. Fractionating processes and apparatus for carrying out same / Smith A. F.; Заявитель и патентообладатель: автор. – № 811692; заявл. 07.05.1959; опубл. 25.06.1961.
72. Пат. СССР 537685, В 01 D 3/30 С1. Роторная массообменная колонна / Ручинский В. Р.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 2137303/26; заявл. 26.05.1975; опубл. 05.12.76, Бюл. № 45. – 3с.

73. А.С. 768410 СССР б 01 d 3/30. Роторная массообменная колонна / Ручинский В. Р.; заявитель и патентообладатель автор. – 2676217/23-26; заявл. 23.10.78; опубл. 07.10.80, Бюл. №37 – 2 с.
74. А.С. 882538 СССР б 01 d 3/30. Массообменная колонна / Ручинский В. Р.; Заявитель и патентообладатель: автор. – № 2722937/23-26; заявл. 12.02.79; опубл. 23.11.81, Бюл. №43. – 2 с.
75. Шагивалеев А. А., Николаев Н. А. Ректификация смеси этанол-вода в аппарате с прямоточно-вихревыми контактными устройствами // Хранение и перераб. сельхоз сырья. — М.: Пищ. пром-ть, 2001. № 7. – с. 14 – 17.
76. Савельев, Н. И. Расчет эффективности массопереноса в прямоточно-вихревых контактных устройствах с тангенциальными завихрителями / Н. И. Савельев [и др.] // Химия и химическая технология, 1984, Т. 27, 167 с.
77. Коротков, Ю. Ф. Гидродинамические закономерности в массообменном аппарате вихревого типа / Ю. Ф. Коротков. [и др.] В кн.: Труды Казан. хим.-технол. ин-та. – вып. 45 – 1970. – С. 26 – 31.
78. Сабитов, С. С. Исследование массопереноса в аппаратах прямоточно-вихревого типа: автореф. дис. ... канд. техн. наук. – Казань: КХТИ, 1979. – 16 с.
79. Трачук, А. В. Исследование и разработка вихревых аппаратов с вращающимся многофазным слоем: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.17.08. – Новосибирск: НГТУ. – 2009. – 25 с.
80. Войнов, Н. А. Гидродинамика и массообмен в вихревой ректификационной колонне / Н. А. Войнов, Н. А. Николаев, А. В. Кустов // Химическая промышленность. – 2008. - № 4. – С. 730 - 735.
81. Войнов, Н. А. Вихревая контактная ступень для бражных колонн / Н. А. Войнов, С. А. Ледник, О. П. Жукова // Химия растительного сырья. – 2011. – № 4. – С. 295 – 300
82. Войнов, Н. А. Тепломассообмен на вихревой контактной ступени / Н. А. Войнов, С. А. Ледник, О. П. Жукова // Химия растительного сырья. – 2012. – № 4. – С. 209-213

83. Войнов, Н. А. Исследование процесса массообмена в пленочной ректификационной колонне / Н. А. Войнов [и др.] // – Изв. Вузов Химия и химическая технология. – 1980 г. – т.23. – №3. – С. 356 – 360.
84. Савельев, Н. И. Закономерности массопереноса на многоэлементных контактных ступенях прямоточно-вихревых аппаратов / Н. И. Савельев [и др.] // – Изв. Вузов Химия и химическая технология. – 1983. – т.25. – №1. – С.107 – 110.
85. Николаев, Н. А. Расчет ректификационных колонн с прямоточными и прямоточно-вихревыми контактными устройствами / Н. А. Николаев [и др.] // – ТОХТ. – 1974. – №6. – С. 590 – 593.
86. Козубенко, Г. Я. Вихревой секционированный ректификационный аппарат / Г. Я. Козубенко [и др.] // – Хим.пром. – 1979 – № 8. – С. 495 – 496.
87. Козубенко, Г. Я. Исследование метода продольного секционирования вихревых массообменных аппаратов / Г. Я. Козубенко [и др.] // – Изв. ВУЗ СССР. Химия и хим.технол. – 1979. – Т. 22, вып. 1. – С. 41 – 43.
88. Шейнман, В. И. Результаты стендовых и промышленных испытаний клапанной центробежной тарелки / В. И. Шейнман. [и др.] // – В 4 кн. Всесоюзная конференция по ректификации. Тез.докл. Уфа. – 1978. – С. 216 – 219.
89. А.С. СССР 580868, б 01 d 3/30. Тепломассообменный аппарат / Шейнман В. И.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 2837355/23-26; заявл. 20.07.76; опубл. 25.11.77, Бюл. № 43. – 2 с.
90. Левданский, Э. И. Разработка, исследование и внедрение контактных тарелок с прямоточно-центробежными элементами / Э. И. Левданский [и др.] // Черкассы, 1980. – Деп. в ОНИИТЭ хим. – 25 Сент. 1977. – № 3062-70.
91. Сабитов, С. С. Исследование массопереноса в аппаратах прямоточно вихревого типа [текст]: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Казань: КХТИ, 1979. – 16 с.
92. Киселев, В. М. Промышленные испытания прямоточных контактных элементов с центробежной сепарацией фаз для ректификации действующих

массообменных колонн / В. М. Киселев [и др.] // – Изв. ВУЗ СССР. Химия и хим. Технол. – 1976. – т.19, вып. 5 – С.775 – 778.

93. Воронин, С. М. Повышение экологичности процессов переработки растительного сырья: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Красноярск: СибГТУ, 1997. – 30 с.

94. А.С. СССР 257439, в 01 d. Контактная тарелка / Ершов А. И.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 1216159/23-26; заявл. 01.11.68; опубл. 20.11.1969, Бюл. № 36. – 2 с.

95. А.С. СССР 284965, в 01 d 3/24. Массообменная вихревая тарелка / Мусташкин Ф. А.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 1375749/23-26; заявл. 10.11.96; опубл. 29.10.1970, Бюл. № 33. – 2 с.

96. А.С. СССР 560625, в 01 d 3/30, в 01 d 3/26 Массообменная вихревая тарелка / Аношин И. М.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 2336632/23-26; заявл. 22.03.76; опубл. 14.07.1977, Бюл. № 21. – 3 с.

97. А.С. СССР 471103, в 01 d 3/30, в 01 d 3/26, в 01 d 3/22. Устройство для массообмена в системе газ (пар) – жидкость / Хохлов С. Ф.; Заявитель и патентообладатель: автор. – № 1826536/23-26; заявл. 06.09.72; опубл. 25.05.1975, Бюл. – № 19. – 2 с.

98. А.С. СССР 181041, в 01 d. Массообменный аппарат для взаимодействия газа с жидкостью / Ершов А. И.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 1009605/23-26; заявл. 24.05.65; опубл. 15.04.1966, Бюл. № 9. – 2 с.

99. А.С. Российская Федерация 2198012, в 01 d 3/30, в 01 d 3/20. Контактное устройство Смирнова / Смирнов В. И.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 2001115604/12; заявл. 08.06.2001; опубл. 10.02.2003. Бюл. № 2. – 3 с.

100. А.С. СССР 190345, в 01 d 3/30, в 01 d 3/20. Тарелка для контактирования газа или пара с жидкостью / Жаворонков Н. М.; заявитель и патентообладатель: автор. – № 773280/23-5; заявл. 09.04.1962; опубл. 29.12.1966, Бюл. № 2. – 2 с.

101. Ледник, С. А. совершенствование оборудования в технологиях переработки биомассы дерева на основе вихревых контактных ступеней: дис. ... канд. техн. наук. Красноярск: СибГТУ. – 2013. – 137 с.
102. Результаты внедрения и исследования контактных ступеней бражных колонн / Н. А. Войнов, С. М. Воронин, О. П. Жукова, С. А. Ледник // Изв. вузов. Лесной журнал. – 2011. – № 4. – С. 93 – 97.
103. Кустов, А. В. Гидродинамика и массообмен на вихревых ректификационных ступенях при переработке растительного сырья: дис. ... канд. техн. наук. Красноярск: СибГТУ. – 2009. – 144 с.
104. Исаченко, В. П. Теплопередача. / В. П. Исаченко, В. А. Осипова, А. С. Сукомел // – М.: «Энергия», 1975. – 488 с.
105. Войнов, Н. А. Теплосъем при пленочном течении жидкости / Н. А. Войнов, А. Н. Войнов, Ал. Н. Николаев. – Казань: Издательство «Отечество», 2011. – 224 с.
106. Войнов, Н. А. Теплоотдача при конденсации и кипении в пленочном трубчатом испарителе / Н. А. Войнов, О. П. Жукова, А. Н. Николаев // Теорет. основы хим. технол. – 2012. – Т. 46, – № 3. – С. 1-9.
107. Пат. Российская Федерация 2580727, b 01 d 1/22. Вихревой испаритель-конденсатор / Войнов Н. А., Жукова О. П., Ледник С. А.; Земцов Д. А.; заявитель и патентообладатель: Сибирский государственный технологический университет. – № 2014149199/05; заявл. 05.12.2014; опубл. 10.04.2016. Бюл. № 10. – 12 с.
108. Пат. Великобритания 1422131 (A), B01D3/20. Tray for the contacting of liquid and vapour / Босманс Б. Х., Конейн Г., Кюстерс К. А.; заявитель и патентообладатель: shell internationale research maatschappij bv. – № 2002124577/15; заявл. 05.02.1972 опубл. 21.01.1976.
109. Войнов, Н. А. Теплообмен в воздушном вихревом конденсаторе / Н. А. Войнов, А. Н. Путинцева, Е. Е. Вырина // Химическая промышленность. – Т. 90. – № 6. – 2013. – С. 291 – 294.

110. Войнов, Н. А. Вихревая контактная ступень для тепломассообменных процессов / Н. А. Войнов, С. А. Ледник, О. П. Жукова // Химическое и нефтяное машиностроение. – 2013. – № 9. – С. 9-11.
111. Касаткин, А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии / А. Г. Касаткин // – М.: Альянс, 2005. – 829 с.
112. Стабников, В. Н. Этиловый спирт / В. Н. Стабников, И. М. Ройтер, Т. Б. Процюк // – М.: «Пищевая промышленность», 1976. – 272 с.
113. Voinov, N. A. Efficiency of a Vortex Contact Stage in Thermal Distillation / N. A. Voinov, D. A. Zemtsov, O. P. Zhukova, A. N. Voinov // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. – 2016. – Vol. 50. – № 5. – P. 707–712.
114. Voinov, N. A. Study of Thermal Rectification in a Column with Low Mass Transfer on the Steps / N. A. Voinov, D. A. Zemtsov, O. P. Zhukova // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. – 2017. – Vol. 51. – № 2. – P. 174–181.
115. Войнов, Н. А. Колонна с низким сопротивлением на основе термических эффектов / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов // Химия растительного сырья. – Барнаул, 2016. – № 2. – С. 117 – 122.
116. Войнов, Н. А. Укрепляющая колонна на основе эффектов термической ректификации / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов // Хвойные бореальной зоны. – Красноярск: СибГТУ, 2015. – Т. XXXIII. – № 3–4. – С. 153 – 155.
117. Voinov, N. A. Study of thermal fractionation columns / N. A. Voinov, D. A. Zemtsov, V. A. Pan'kov // Chemical and Petroleum Engineering. – November, 2016. – Vol. 52. – № 7–8. – P. 1-5.
118. Войнов, Н. А. Контактные ступени неадиабатной ректификации / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов, О. П. Жукова // Техника и технология пищевых производств. – Барнаул, 2017. – Т. 44. – № 1. – С. 58 – 64.
119. Николаев, Н. А. Эффективность процессов ректификации и абсорбции в многоступенчатых аппаратах с прямоточно - вихревыми контактными устройствами / Н. А. Николаев // Казань: Отечество, 2011. – 122 с.
120. Рамм, В. М. Абсорбция газов / В. М. Рамм // – 2-е изд. – М.: Химия, 1976. – 656 с.

121. Шагивалиев, А. А. Ректификация смеси этанол-вода в аппарате с прямоточно-вихревыми контактными устройствами / А. А. Шагивалиев // Хранение и переработка сельхозсырья. – 2001. – № 7. – С. 14-17.
122. Voinov, N. A. Mass transfer in gas-liquid layer on vortex contact stages / N. A. Voinov, O. P. Zhukova, S. A. Lednik, // Theor. Found. Chem. Eng. – 2013. – V. 47. – № 1. – P. 62-67
123. Voinov, N.A. Hydrodynamics of the vortex stage with tangential swirlers / N. A. Voinov, O. P. Zhukova, N. A. Nikolaev // Theor. Found. Chem. Eng. – 2010. – V. 44. – № 2. – P. 213-219.
124. Метод наименьших квадратов [электронный ресурс]: Материал из Википедии – свободной энциклопедии. – Режим доступа https://ru.wikipedia.org/wiki/Метод_наименьших_квадратов.
125. Критерий Фишера [электронный ресурс]: Профессиональный информационно-аналитический ресурс. – Режим доступа http://www.machinelearning.ru/wiki/index.php?title=Критерий_Фишера.