

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

Автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата
технических наук

Красноярск – 2017

Работа выполнена на кафедре Машин и аппаратов промышленных технологий ФГБОУ ВО «Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева», г. Красноярск

Научный руководитель:

Войнов Николай Александрович доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Елизаров Виктор Иванович, доктор технических наук, профессор, Нижнекамский химико-технологический институт (филиал) ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», профессор кафедры автоматизации технологических процессов и производств;

Дмитриев Андрей Владимирович доктор технических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Казанский государственный энергетический университет», заведующий кафедрой теоретических основ теплотехники.

Ведущая организация: ФГБОУ ВО «Уральский государственный лесотехнический университет»

Защита состоится «_____» декабря 2017 года в 13⁰⁰ ч на заседании диссертационного совета Д 212.249.07 при Сибирском государственном университете науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева по адресу: 660049, г. Красноярск, пр. Мира, 82, аудитория Ц-110 (зал заседания).

Отзывы на автореферат в двух экземплярах с подписями, заверенными печатью, просим направлять по адресу: 660049, г. Красноярск, пр. Мира, 82, Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева, учёному секретарю диссертационного совета.

E-mail: dissovetsibgtu01@mail.ru

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Сибирского государственного университета науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева, www.sibsau.ru

Автореферат разослан «_____» _____ 2017 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета,
доктор технических наук,
профессор

Исаева Елена Владимировна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Ректификация широко применяется в промышленных технологиях переработки растительного сырья при получении этилового спирта, скипидара, канифоли, талового масла, сульфатного мыла, восстановлении экстрактивных реагентов и т. д.

Используемые при ректификации смеси, в основном многокомпонентные, трудно разделяемы, подвергаются термическому распаду при длительном воздействии температуры и деструкции с образованием на греющих поверхностях отложений. Протекающие при этом химические процессы 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, которая сопровождается подводом тепла на контактные ступени, либо его отводом теплообменными устройствами для воздействия на процессы испарения и конденсации в системе. 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, одинаковы. Поддержание оптимальных гидродинамических параметров на каждой ступени в колоннах термической ректификации, из-за уменьшения расхода пара и рабочей жидкости по их высоте, может быть обеспечено снижением количества 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 возможность снижения капитальных затрат и регулирования хода процесса разделения потоком теплоносителя. В настоящее время, для создания колонн с низким сопротивлением используются аппараты со стекающей пленкой и контактные ступени, выполненные из профилированных пластин, а для создания производительных колонн рекомендуется использовать вихревые контактные ступени. В представленной работе реализован процесс термической ректификации, как на одиночных ступенях, так и в многоступенчатых колоннах.

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.

Предмет исследования. Предметом исследования является термическая ректификация смеси этанол-вода, ацетон-вода и головной фракции этилового спирта-сырца.

Объект исследования. Объектом исследования являются контактные ступени и многоступенчатые ректификационные колонны, применительно к совершенствованию оборудования используемого при переработке 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 работы.

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.

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.

Личный вклад автора. Планирование и проведение экспериментов по исследованию тепломассообмена при ректификации, обработка и анализ результатов, участие в проектировании оборудования, подготовка публикаций.

Апробация работы. Материалы диссертации были представлены на международных научно-технических конференциях: «X Семинар вузов по теплофизике и энергетике» (Казань: КГЭУ, 2015), «Технические науки: научные приоритеты учёных» (Пермь, 2016); «Решетневские чтения» (Красноярск, 2016); всероссийских научно-практических конференциях: «Лесной и химический комплексы - проблемы и решения» (Красноярск, 2015); «Молодые ученые в решении актуальных проблем науки» (Красноярск, 2013, 2015, 2016), «Новые достижения в химии и химической технологии растительного сырья» (Барнаул, 2014, 2017).

Соответствие диссертации паспорту научной специальности.

Содержание диссертации соответствует паспорту специальности 05.21.03 – «Технология и оборудование химической переработки биомассы дерева; химия древесины» (п. 17 – Оборудование, машины, аппараты и системы автоматизации химической технологии биомассы дерева).

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 23 печатных работы, в том числе: 4 статьи в научных изданиях, входящих в перечень ВАК; 3 статьи в журналах, включенных в базу SCOPUS и Web of Science; 2 патента РФ на изобретения; 5 докладов на международных и всероссийских научных конференциях.

Структура и объем работы. Диссертация изложена на 113 страницах, содержит 4 таблицы, 62 рисунка, 1 приложение, включает введение, четыре главы, выводы и список использованных источников в количестве 125 наименований.

Основное содержание работы

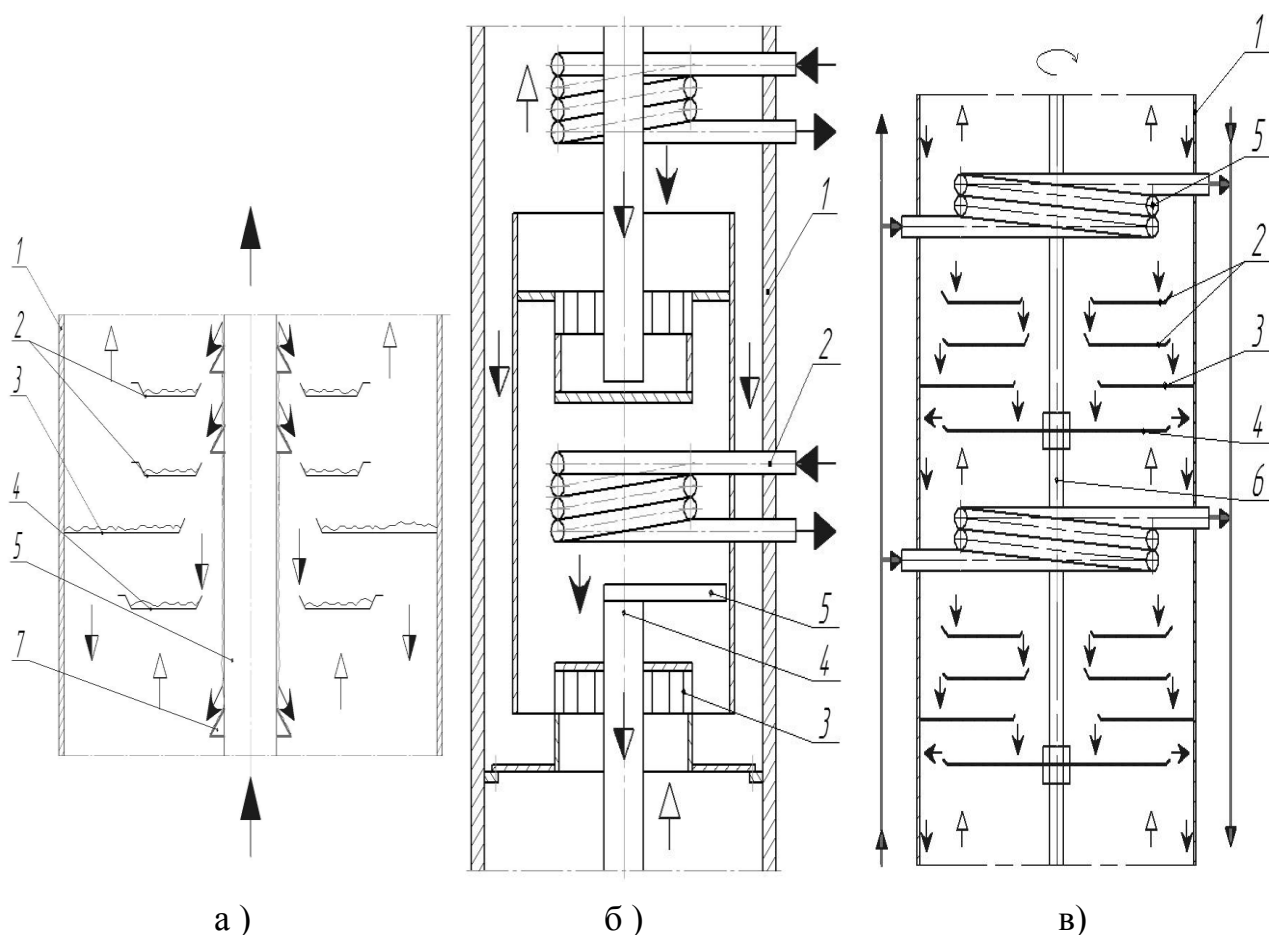
Во введении показана перспектива применения колонн, работающих на основе термической ректификации, используемых в технологических линиях по переработке биомассы дерева.

В первой главе рассмотрены основы термической ректификации, показаны ее преимущества и недостатки в сравнении с адиабатной ректификацией, а также обобщены способы реализации и оборудование, используемое при неадиабатной ректификации. Отмечено, что для создания ректификационных установок с низким сопротивлением в последнее время применяют ступени, выполненные из пластин, которые обладают низкими

массообменными характеристиками, и пленочные трубчатые аппараты. Для конструирования производительных колонн целесообразно использовать вихревые контактные ступени. Показано, что перспективным методом проведения термической ректификации является способ ректификации, запатентованный Войновым Н.А., заключающийся в осуществлении частичной конденсации поднимающихся паров смеси по высоте колонны и испарении полученного конденсата до его смешения с основным потоком стекающей флегмы.

Во второй главе приведены схемы экспериментальных ступеней и установок, указаны их конструктивные и технологические параметры. В качестве рабочих смесей использовались: этиловый спирт-вода, ацетон-вода, с начальной концентрацией легколетучего компонента в парах до 80 % мас., головная фракция спиртового конденсата при концентрации этанола в ней 92 % мас. и массовой концентрации: альдегидов $593,4 \pm 59,3$ мг/дм³; сивушного масла $1119,0 \pm 111,9$ мг/дм³; эфиров, $2699,0 \pm 269,9$ мг/дм³.

Схемы исследованных контактных ступеней представлены на рисунке 1.



а, в) 1 – корпус; 2 – верхние пластины; 3 – средняя пластина; 4 – нижняя пластина; 5 – дефлегматор; 6 – вал; 7 – распределитель; б) 1 – корпус; 2 – конденсатор; 3 – завихритель; 4 – переток; 5 – сливная планка;  – вода;  – пар;  – рабочая смесь;  – конденсат.

Рисунок 1 – Схемы исследованных контактных ступеней

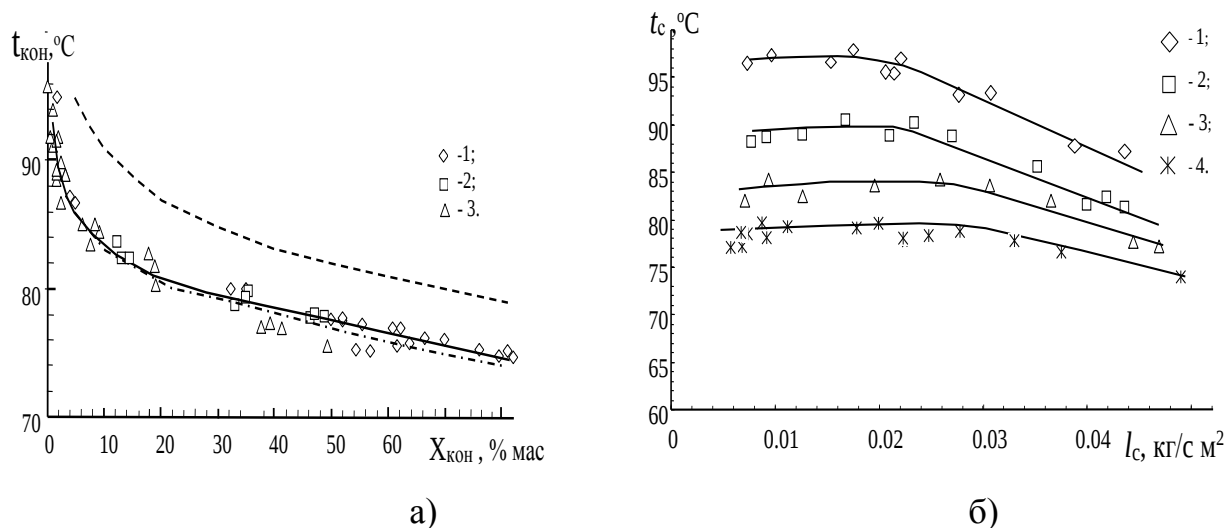
Состав этилового спирта определялся при помощи рефрактометра марки LR-3, а также спиртометра АСП-3 ГОСТ 18481-81, тарировка которых осуществлялась с использованием газового хроматографа «Хроматек-кристалл 5000». Температура фаз измерялась датчиками температуры ТСМ, с вторичными приборами Термодат 11М2. Тепловая нагрузка варьировалась путем изменения напряжения в сети электронагревателей. Ступени из пластин (рисунок 1а), выполнялись диаметром 200 мм, высотой 70 мм и включали нижнюю, среднюю и верхние пластины (в количестве 2 – 6 шт.), изготовленные из медного листа толщиной 0,5 мм, края которых были отбортованы на высоту 1 мм для образования слоя конденсата на их поверхности. Диаметр верхних пластин выполнялся равным 170 мм. Расстояние между пластинами выдерживалось 15-30 мм. По оси колонны устанавливался дефлегматор, выполненный из медной трубы 26×1 мм, длиной 1,8 м, в полость которой подавалась охлаждающая вода (теплоноситель) с начальной температурой 7 – 60 °С. Расход воды измерялся с помощью ротаметров РС-5.

Ступени с вихревыми контактными устройствами (рисунок 1б), выполнялись диаметром и высотой 100 мм, на которых в паровом пространстве устанавливался змеевиковый конденсатор (дефлегматор), выполненный из медной трубки диаметром 8 мм, с поверхностью теплообмена 0,01 м². В качестве устройств, обеспечивающих вращательное движение смеси на ступени, применялись тангенциальные завихрители разработанные Ледником С. А., 2013 г. Для исследования процесса ректификации в стекающей пленке применялись установки, выполненные из труб диаметром 22 – 50 мм и длиной от 0,1 до 2 м.

В первом разделе третьей главы представлены исследования термической ректификации на ступенях, выполненных из пластин (рисунок 1а), в которых перенос легколетучего компонента осуществляется путем диффузионного массопереноса и конвективными потоками, обусловленными парциальной конденсацией и испарением флегмы.

Эффективность разделения при парциальной конденсации паров на поверхности дефлегматора. При длине дефлегматора на ступени 70–140 мм и расходе конденсата 2 – 6 кг/ч, температура флегмы на поверхности дефлегматора составила на 5 – 8 °С ниже его температуры кипения (рисунок 2а). Наличие верхних пластин на ступени, установленных параллельно либо последовательно относительно стекающего конденсата, позволило повысить температуру конденсата за счет теплового потока поднимающихся паров смеси. Согласно данным (рисунок 2б) при плотности орошения конденсата на верхних пластинах менее 0,01–0,03 кг/м²·с, конденсат нагревается до температуры кипения.

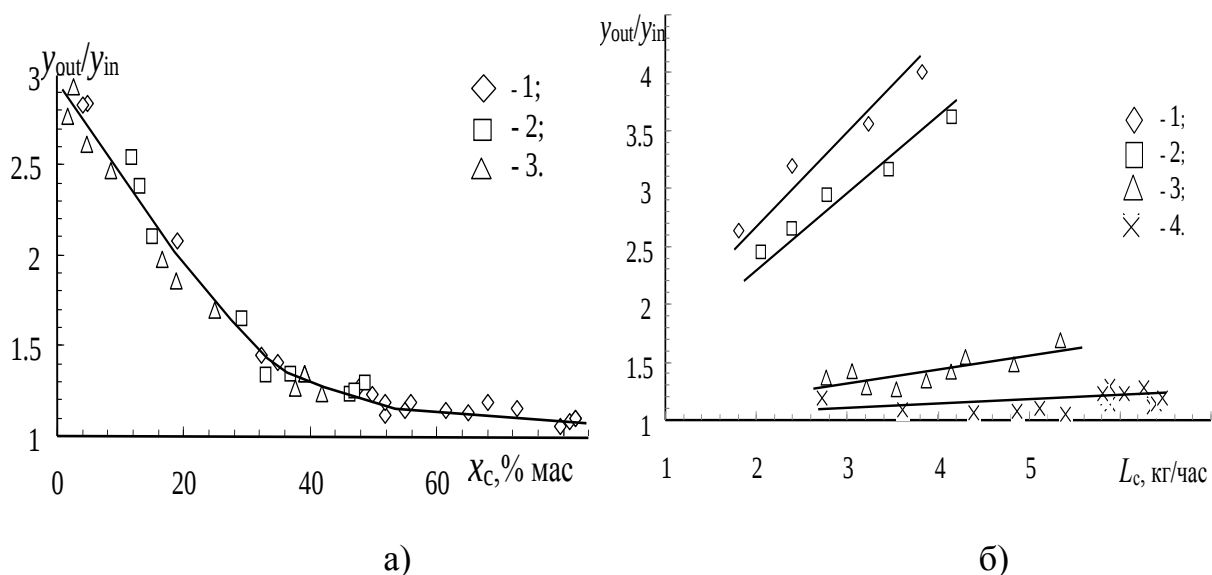
При одинаковой длине дефлегматора на ступени, увеличение его поверхности не приводит к росту концентрации этанола в поднимающихся парах смеси. Однако увеличение длины труб дефлегматора ведет к росту отношения y_{out}/y_{in} , что, по-видимому, вызвано испарением конденсата.



а) Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – $t_{w \text{ in}} = 6$ °C; 2 – $t_{w \text{ in}} = 16$ °C; 3 – $t_{w \text{ in}} = 60$ °C. Пунктирная линия – температура кипения смеси [Стабников В. Н.]. Штрихпунктирная линия – экспериментальные данные при $H_{\text{дефл}} = 70$ мм; б) 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 2 – Изменение температуры конденсата, образованного на поверхности дефлегматора, от концентрации этанола в нем (а) и плотности орошения (б), при $H_{\text{дефл}} = 140$ мм

При парциальной конденсации, из паровой смеси в конденсат в большем количестве выпадает высококипящий компонент. Согласно данным (рисунок 3), отношение $y_{\text{out}}/y_{\text{in}}$, при парциальной конденсации, возрастает с уменьшением концентрации легколетучего компонента в конденсате и повышением его расхода.



а) экспериментальные точки (1–3): 1 – $t_{w \text{ in}} = 6$ °C; 2 – $t_{w \text{ in}} = 16$ °C; 3 – $t_{w \text{ in}} = 62$ °C; б) экспериментальные точки (1–3): 1 – $x_c = 4$ % мас; 2 – $x_c = 8$ % мас; 3 – $x_c = 35$ % мас; 4 – $x_c = 65$ % мас.

Рисунок 3 – Зависимость отношения концентрации $y_{\text{out}}/y_{\text{in}}$ в паровой смеси от концентрации этанола в конденсате (а), при $H = 140$ мм, $L_c = 2,5$ кг/ч и от расхода конденсата (б)

Расчет концентрации легколетучего компонента в паровой фазе по уравнению Рэля в решении Владимировой Т. В. (2006 г) выявил сходимость значений y_{out} , только при низких концентрациях легколетучего компонента ($x < 15$ % мас.) (рисунок 4)

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

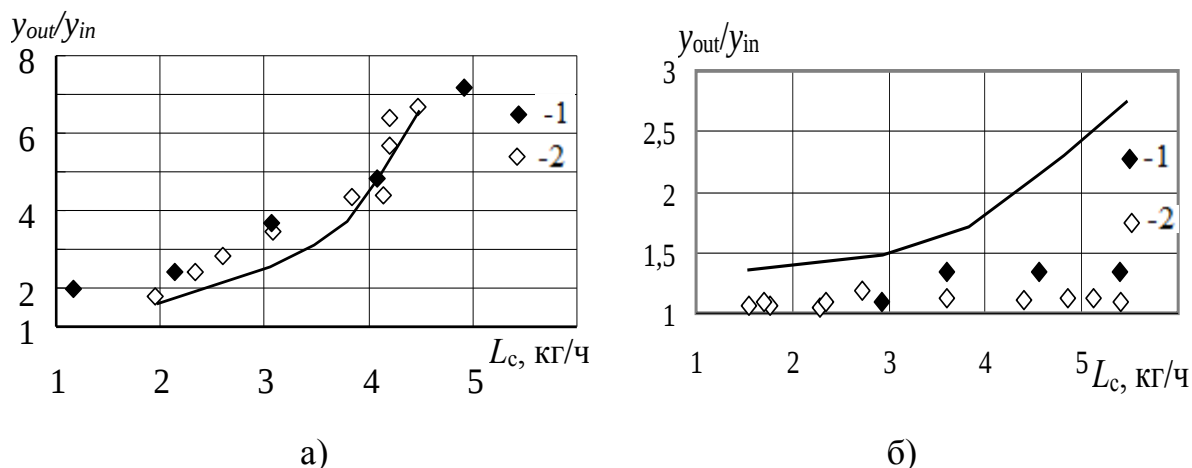
где $e=L/G_{in}$ – степень конденсации;

L – расход конденсата, кг/с;

G_{in} – расход паров выходящих из куба, кг/с;

y – содержание легколетучего компонента, % мас.

При более высоких значениях концентрации легколетучего компонента, расчет дает большую погрешность, что можно объяснить влиянием сопротивления на массообмен в паровой фазе.



а) 1 – этанол $x_{in} = 6 - 9$ % мас, 2 – ацетон $x_{in} = 8,5$ % моль; б) 1 – этанол $x_{in} = 51 - 75$ % мас., 2 – ацетон $x_{in} = 61$ % моль; Линия – расчет по уравнению (1)

Рисунок 4 – Зависимость отношения концентрации y_{out}/y_{in} в паровой смеси этанол-вода (а), ацетон-вода (б) от расхода конденсата

В связи с этим, для осуществления расчета концентрации легколетучего компонента в паровой фазе при парциальной конденсации получена зависимость в виде :

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

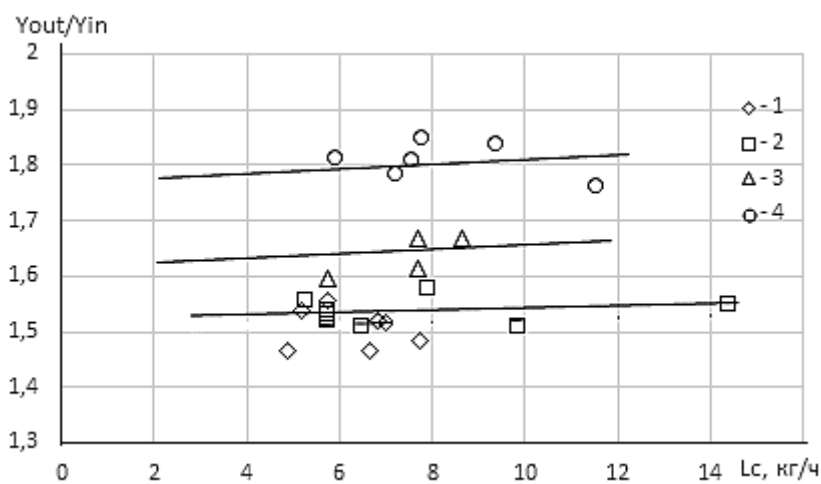
где L_c – расход конденсата, кг/с;

x_c – концентрация этанола в конденсате, % мас.

Данные, полученные при парциальной конденсации головной фракции спиртового конденсата, рассчитанные по методике испытаний ГОСТ 30536-2013, показали, что массовая концентрация альдегидов увеличилась в 1,4 раза и составила $717,0 \pm 71,7$ мг/дм³, массовая концентрация сивушных масел снизилась в

1,3 раза и составила $874,0 \pm 87,4$ мг/дм³, массовая концентрация эфиров увеличилась в 1,5 раза и составила $4147,0 \pm 414,7$ мг/дм³.

С целью интенсификации процесса парциальной конденсации осуществлено перемешивание паров смеси вдоль теплообменной поверхности путем установки винтовой шероховатости, которая обеспечивала циркуляционные вихри на межфазной поверхности, а также путем установки по всей длине трубы вращающихся пластин. Согласно полученным экспериментальным данным (рисунок 5), максимальное увеличение y_{out}/y_{in} за счет снижения сопротивления массообмену в паровой фазе перемешиванием паров на межфазной поверхности составило 1,3 раза, что позволяет увеличить эффективность ступени в 2 и более раз, при высокой концентрации легколетучего компонента.



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

Эффективность при испарении и конденсации на верхних пластинах ступени. На основании экспериментальных данных, зависимость эффективности, контактной ступени при испарении флегмы и конденсации поднимающихся паров на поверхности контакта пластин имеет вид:

$$E_y \approx m^{-0.2} l_c^{-0.56} G_{out}^{-0.18} F^{0.4} u^{0.2}, \quad (3)$$

где m – тангенс угла наклона равновесной кривой;

l_c – удельный расход конденсата, кг/с;

G_{out} – расход пара а выходе из колонны, кг/с;

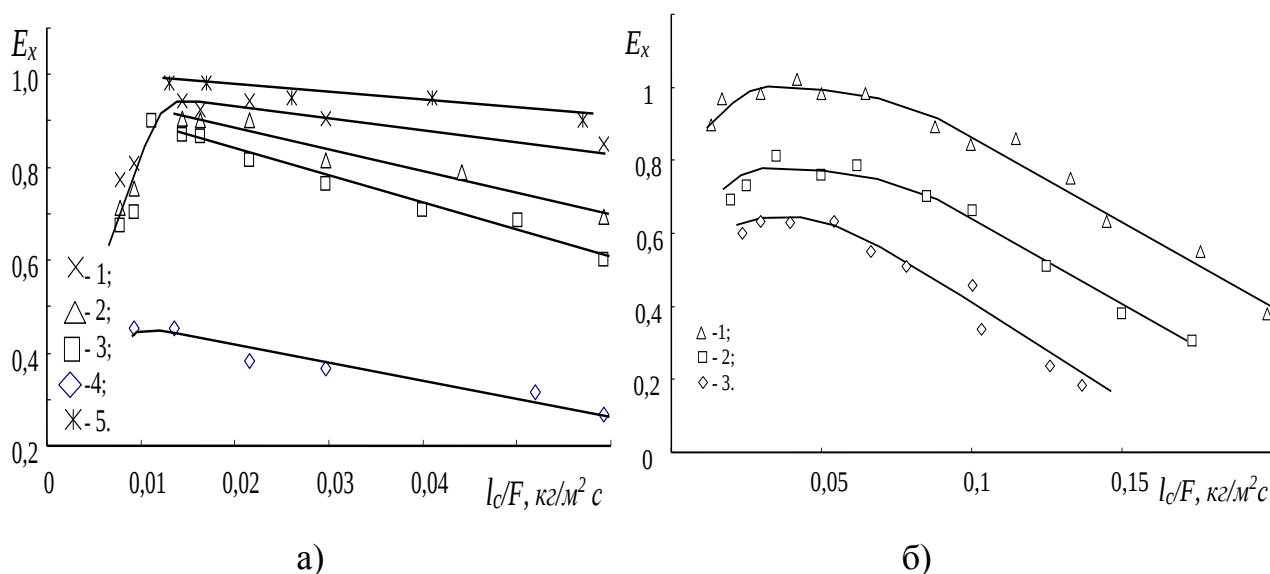
F – поверхность пластин, м²;

u – средняя скорость пара по колонне, м/с.

Влияние расхода пара на эффективность при термической ректификации, вызвано его уменьшением по высоте ступени (колонны), вследствие частичной конденсации на поверхности дефлегматора. Влияние поверхности контакта F на эффективность ступени, прежде всего, обусловлено теплообменом. При увеличении плотности орошения l_c , уменьшается время контакта конденсата с

теплопередающей поверхностью, что и снижает эффективность ступени, а увеличение радиальной скорости пара, повышает эффективность за счет интенсификации перемешивания паров над жидкостью.

Во втором разделе третьей главы представлены данные, полученные на примере абсорбции и ректификации при вращении жидкости, размещенной на нижней пластине. С увеличением числа оборотов пластины и концентрации легколетучего компонента в смеси, эффективность ступени возрастает (рисунок 6), что обусловлено интенсификацией перемешивания в жидкой и паровой фазах и приводит к увеличению E_x до двух раз. При плотности орошения $l_0/F < 0,015 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{с})$, происходит снижение интенсивности массообмена, вследствие неполной смачиваемости поверхности.



а) абсорбция на пластине диаметром 80 – 200 мм и расходе подаваемой воды $L_w = 0,002 - 0,04 \text{ кг}/\text{с}$. Экспериментальные точки (1 – 5): 1 – $n = 1000 \text{ об}/\text{мин}$; 2 – $n = 400 \text{ об}/\text{мин}$; 3 – $n = 260 \text{ об}/\text{мин}$; 4 – неподвижная пластина; 5 – пластина с кольцевыми проточками $n = 1000 \text{ об}/\text{мин}$; б) термическая ректификация на ступени. Экспериментальные точки (1 – 3): 1 – концентрация этанола в отработанной жидкости $x = 17 \% \text{ мас.}$; $n = 900 \text{ об}/\text{мин}$; 2 – $x = 6 \% \text{ мас.}$, $n = 900 \text{ об}/\text{мин}$; 3 – $x = 17 \% \text{ мас.}$, $n = 0$

Рисунок 6 – Изменение эффективности по Мерффри на ступени с одной вращающейся пластиной от плотности орошения

Выполнение на поверхности пластин кольцевых проточек с прямоугольным выступом высотой $h = 1 \text{ мм}$ и расстоянием между выступами $s = 10 \text{ мм}$ позволило увеличить эффективность массообмена на 10 % (рисунок 6 точки 5), в сравнении с гладкой поверхностью. Как в случае абсорбции, так и ректификации, при низкой плотности орошения наблюдается снижение эффективности, вызванное частичной смачиваемостью поверхности.

Вследствие влияния на работу ступени многих факторов, которые также изменяются по высоте колонны, общая эффективность ступени оценивалась по результатам исследования колонны с десятью ступенями, снабженными вращающимися нижними пластинами. Согласно полученным данным, общая эффективность E_y составила 0,5 – 1,0, при этом $E_y \approx n^{0,2-0,4}$.

Как установлено, при вращении стекающей флегмы на нижних пластинах ступени 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. Это подтверждает вывод о том, что вращение пластины интенсифицирует процесс массообмена не только в жидкой, но и в паровой фазе.

В третьем разделе третьей главы представлены данные по исследованию эффективности вихревой ступени. Основываясь на результатах, полученных на примере абсорбции и ректификации, зависимость для расчета эффективности вихревых ступеней в кольцевом режиме при адиабатной ректификации представлена в виде

$$E_y = 0,035 m^{0,16} (G/L)^{-0,15} (H/h)^{0,4} (Re)^{0,24}, \quad (4)$$

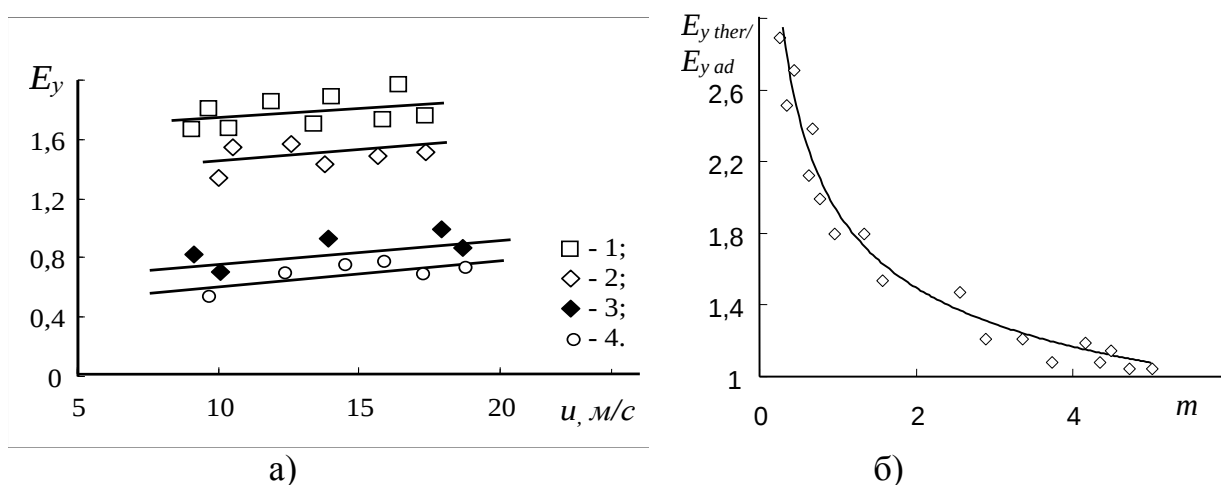
где m – тангенс угла наклона равновесной кривой;

G/L – отношение расхода пара к расходу жидкости;

H/h – отношение высоты слоя жидкости к высоте канала завихрителя;

Re – центробежный критерий Рейнольдса (5000 – 15000).

При термической ректификации в колонне с вихревыми ступенями протекает процесс диффузионного массообмена и процесс, вызванный парциальной конденсацией. Согласно полученным данным (рисунок 7), эффективность ступени по Мерфри при термической ректификации в ряде случаев составила больше единицы.



а) при термической ректификации – $R = 0,8 - 3$, $\Delta t = 10 - 20$ °С. Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – $x = 65 - 70$ % мас., 2 – $x = 30$ % мас., 3 – $x = 20$ % мас.; 4 – адиабатная ректификация при $x = 65$ % мас. б) при $\Delta t = 8 - 15$ °С

Рисунок 7 – Зависимость эффективности вихревой ступени от скорости пара в каналах завихрителя (а) и тангенса угла наклона равновесной кривой (б) для смеси этанол-вода

Анализ данных, представленных на рисунке 7б, показывает, что влияние термических эффектов на эффективность ступени при ректификации становится незначительным, при $m > 4,5$ или концентрации этанола в смеси $x < 5$ % мас.

Расчет эффективности ступени с вихревыми контактными устройствами при термической ректификации рекомендуется проводить по уравнению (4) и

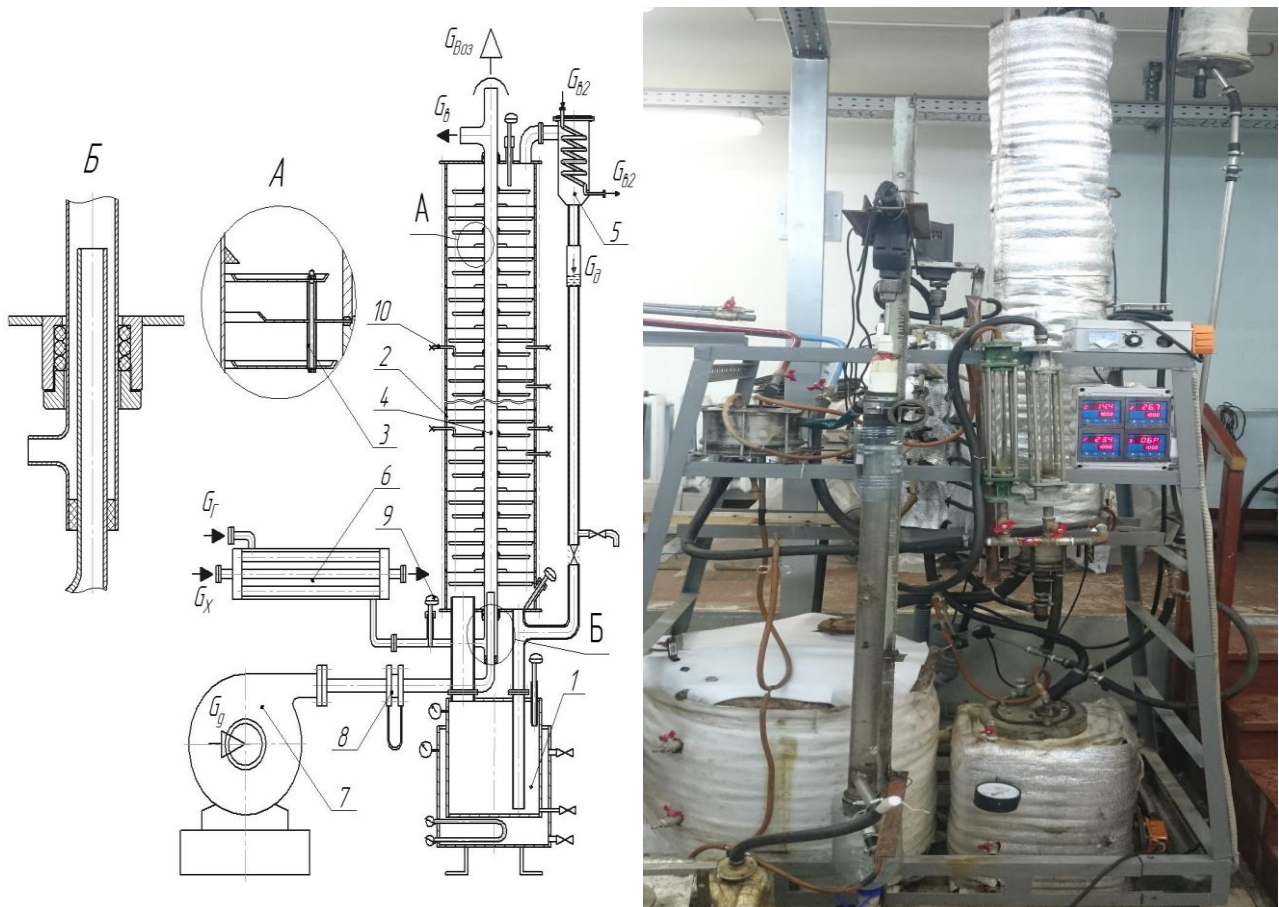
зависимости, представленной на рисунке 7б, согласно которой

$$E_{y \text{ ther}} = [1.9 m^{-0.36}] E_{y \text{ ad}} . \quad (5)$$

В четвертой главе представлены исследования процесса термической ректификации в многоступенчатых колоннах.

Колонна с 24 ступенями, выполненными из пластин, представлена на рисунке 8. Сопротивление колонны не превышало 40 Па при массе жидкости на всех пластинах 2,5 кг.

Как установлено, эффективность ступеней по высоте колонны не одинакова и помимо параметров, входящих в уравнение (3), зависит от начальной температуры воды, подаваемой в дефлегматор колонны, теплового потока пара, выходящего из куба, и флегмового числа.



а)

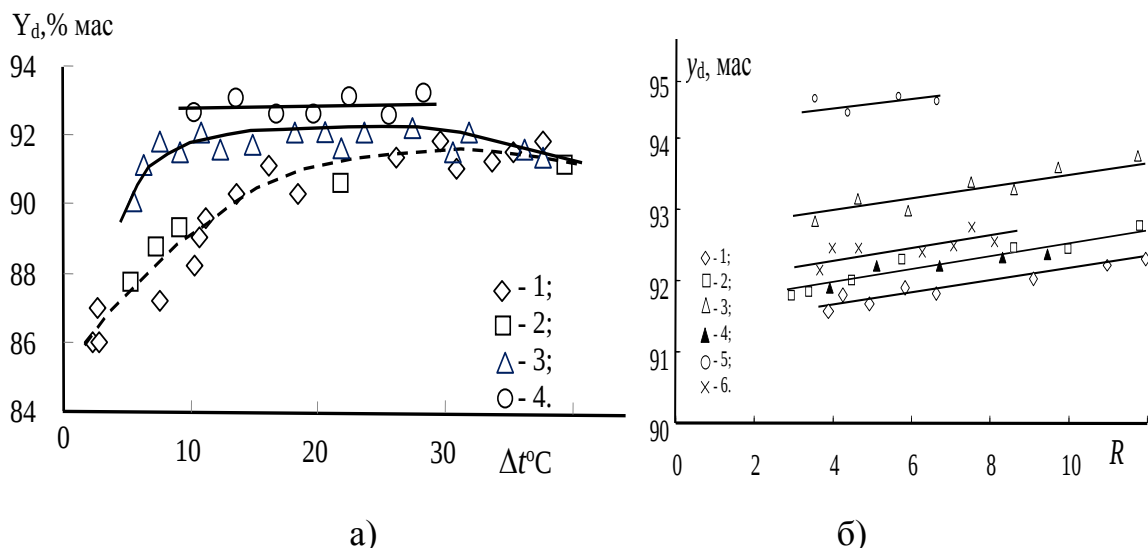
б)

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

Рисунок 8 – Схема колонны (а) и общий вид установки (б)

Наибольшее укрепление паров смеси в колонне при термической ректификации достигается в интервале значений температур пара на верхней ступени и воды на выходе из дефлегматора $\Delta t = 8\text{--}30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (рисунок 9). Общая

эффективность ступени в колонне при установке на ней одной верхней пластины ($F = 0,046 \text{ м}^2$) и флегмовом числе 3 – 5 составила 0,35, при наличии двух верхних пластин ($F = 0,09 \text{ м}^2$) – 0,45. Увеличение количества верхних пластин на ступени позволяет интенсифицировать процесс укрепления и повысить ее эффективность. Уменьшение концентрации этанола в дистилляте, при $\Delta t < 8 \text{ }^\circ\text{C}$, вызвано низким расходом конденсата, нарушением смачиваемости поверхности, а при $\Delta t > 30 \text{ }^\circ\text{C}$ обусловлено снижением интенсивности испарения флегмы.



а) при начальной концентрации этанола в паре 60 % мас., $R = 3 - 7$. Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – $Q = 7 \text{ кВт}$; 2 – 4 кВт ; 3 – $Q = 12 - 14 \text{ кВт}$, $F = 0,046 \text{ м}^2$; 4 – $Q = 12 - 14 \text{ кВт}$, $F = 0,09 \text{ м}^2$. Пунктирная линия – подача охлаждающей воды только в конденсатор; б) $\Delta t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ и $F = 0,09 \text{ м}^2$. Экспериментальные точки (1 – 4): $Q = 4 \text{ кВт}$; 2 – $Q = 7 \text{ кВт}$; 3 – $Q = 13 \text{ кВт}$; 4 – $Q = 13 \text{ кВт}$, $F = 0,046 \text{ м}^2$

Рисунок 9 – Зависимость концентрации этанола в паре на верхней ступени колонны от разности температуры и флегмового числа

Общее число единиц переноса достигнуто $N_{oy} = 18$, что соответствует высоте единиц переноса на ступени 0,1 м.

Как установлено наиболее перспективной схемой подачи теплоносителя в дефлегматор является применение пленочного восходящего течения. В этом случае, значения коэффициента теплоотдачи составили $8000 - 16000 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{K})$, 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 $7000 - 10000 \text{ Вт}/\text{м}^2\text{K}$, а при испарении конденсата, на поверхности верхних пластин и удельной тепловой нагрузке $10000 - 30000 \text{ Вт}/\text{м}^2 - 80 - 96 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{K})$.

При эффективности ступени в колонне равной 0,45 (по схеме рис. 1а), вклад дефлегматора в общую эффективность ступени составил 10 %, вклад нижней и средней пластины не более 25 %. Наибольший вклад в укрепление смеси дают процессы испарения и конденсации, протекающие на верхних пластинах ступени.

Ступени, выполненные из пластин, вследствие их низкого гидравлического сопротивления, рекомендуется использовать для укрепляющих термических колонн, работающих под вакуумом.

Как показали исследования в колонне с 24 вихревыми контактными ступенями, осуществление подачи охлаждающей воды в конденсаторы, последовательно от ступени к ступени, оказалось неэффективным, по причине наличия значительной разницы температур по высоте колонны. В нижней части колонны она составила $\Delta t = 40 - 76\text{ }^{\circ}\text{C}$, а в верхней – $\Delta t = 8 - 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, что не позволяет поддерживать заданный расход конденсата на вихревых ступенях.

При параллельном подключении охлаждающей воды в конденсаторы в колонне достигнута концентрация этанола в дистилляте 96,2 % об (рис. 10а), тогда как при адиабатической ректификации эта величина не превысила 92 % об. Кроме того, параллельное подключение охлаждающей воды в змеевики дефлегматора позволяет поддерживать заданную величину Δt по высоте колонны, путем изменения расхода воды в каждом конденсаторе. Величина коэффициента теплопередачи составила 100 – 300 Вт/(м²К), а тепловой поток, передаваемый от конденсируемого пара, 80 – 110 Вт. При этом эффективность контактной ступени в области высоких концентраций этанола в смеси, по сравнению с адиабатической ректификацией, увеличилась до трех раз.

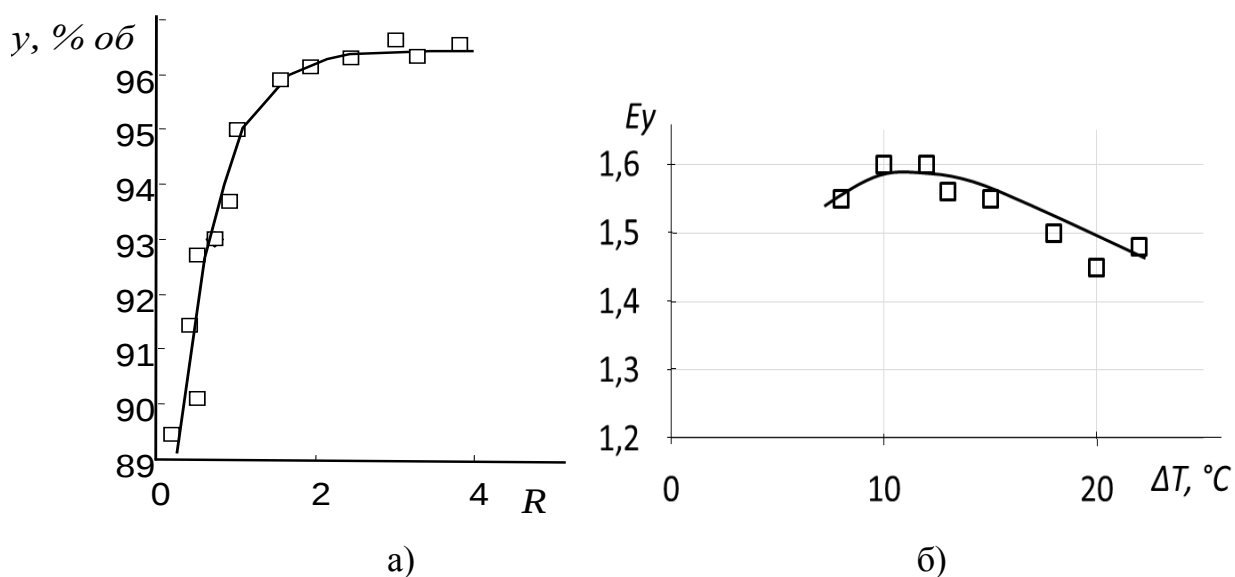


Рисунок 10 – Изменение концентрации этанола на верхней ступени вихревой колонны от флегмового числа (а) и общая эффективность ступени от разности температур ΔT при кольцевом режиме и $y_{\text{in}} = 25\text{ } \%$ об (б)

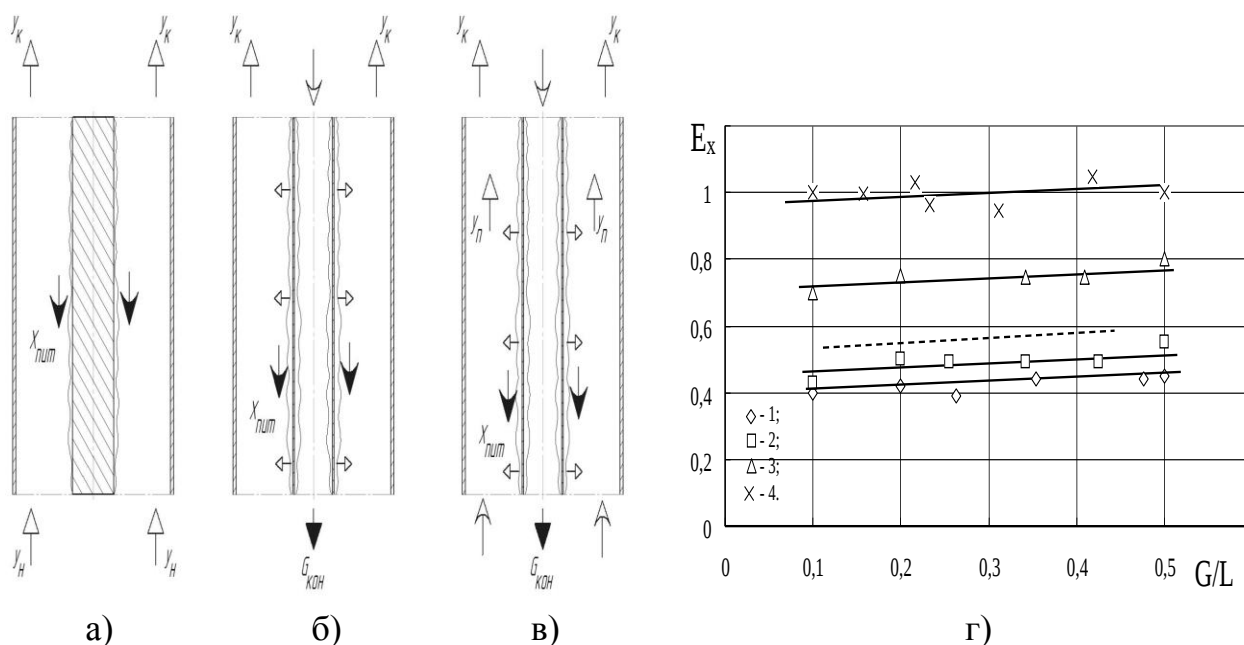
Максимальное увеличение эффективности разделения при термической ректификации достигается при $\Delta t = 8 - 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (рис. 10 б).

Исследование термической ректификации в аппарате со стекающей пленкой проводилось в установке, состоящей из двух соосно размещенных труб длиной 1,7 м, диаметрами 38 и 12 мм. Схемы потоков в пленочной колонне представлены на рисунке 11 а – в.

Как показали исследования, осуществление процесса дистилляции путем подвода первичного пара к пленкообразующей поверхности (рисунок 11 б), дает

наименьшую эффективность исчерпывания (рисунок 11 г, точки 1), по сравнению с процессом адиабатической ректификации (рисунок 11 г, точки 2) и процессом абсорбции (рисунок 11г, пунктирная линия), по причине высокого сопротивления массопереносу в паровой фазе. Следует также отметить, что уменьшение разности температур кипения пленки жидкости и подаваемого первичного пара к теплопередающей поверхности на 3 °С, позволило увеличить концентрацию этанола в дистилляте Y_d в 1,2 – 1,4 раза, по сравнению с дистилляцией.

Высокая эффективность исчерпывания (рисунок 11г, точки 3) достигнута при одновременном подводе насыщенных паров в межтрубное пространство колонны и дистилляции, согласно схеме потоков (рисунок 11 в). В этом случае, поток дополнительного пара приводит к снижению сопротивления массопереносу в жидкой фазе. При подаче на начальный участок пленкообразующей поверхности охлажденной рабочей жидкости и работе колонны по схеме рисунка 11в, достигнута максимальная эффективность исчерпывания этанола (рисунок 11г, точки 4).



а) адиабатная ректификация, б) дистилляция, в) дистилляция и адиабатная ректификация. г) при концентрации этанола $x = 1,0 - 2,0$ % масс. Экспериментальные точки (1 – 4): 1 – дистилляция при начальной температуре пленки 98 °С; 2 – адиабатная ректификация; 3 – дистилляция и адиабатная ректификация; 4 – парциальная конденсация дистилляция, и адиабатная ректификация. при $G/G_d = 1 - 3$ и (55 – 80) °С; $\blacktriangleright$ – вода; $\blacktriangleright$ – пар; $\blacktriangleright$ – конденсат; $\blacktriangleright$ – первичный пар

Рисунок 11 – Схемы потоков в пленочной колонне (а – в) и зависимость эффективности от соотношения потоков (г)

Как установлено, наибольшая эффективность достигается при отношении потоков пара, поступающего в колонну G , и пара, полученного при выпаривании G_d , равном $G/G_d = 1 - 3$, что показано на рисунке 12а.

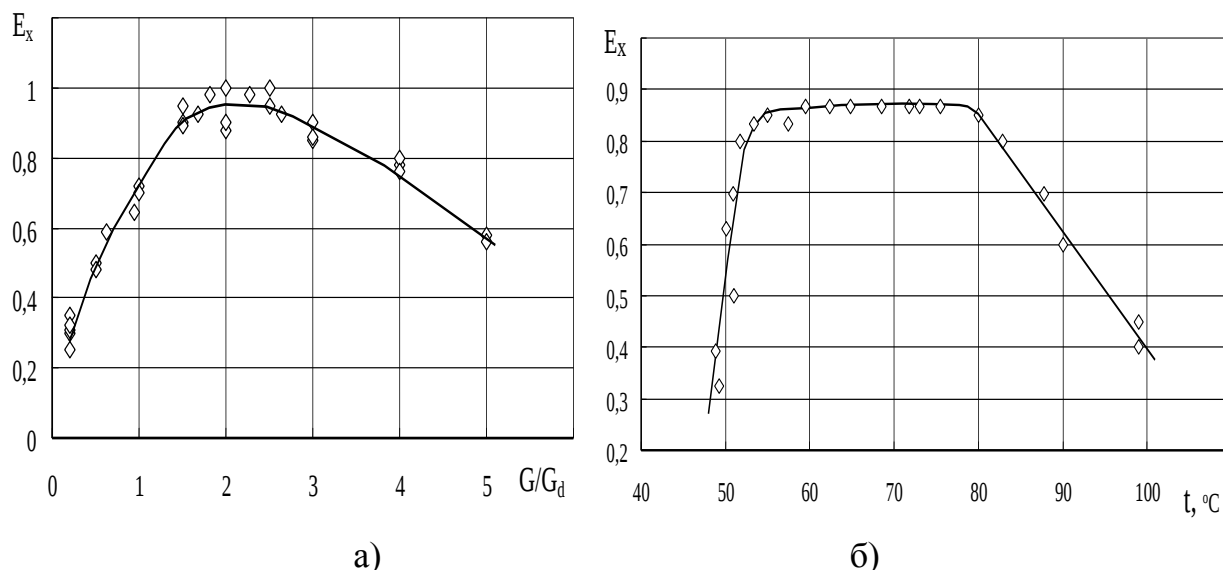


Рисунок 12 – Зависимость эффективности колонны от соотношения потоков (а), при температуре пленки на начальном участке 60 – 80 °С и от температуры стекающей пленки на начальном участке (б) при $G/G_d = 1 - 2$.

В этом случае, подводимый в межтрубное пространство пар снижает сопротивление массопереносу в паровой фазе, а дополнительный поток паров осуществляет турбулизацию жидкой фазы. При этом наибольшая эффективность достигается при поддержании температуры пленки смеси этанол-вода на начальном участке трубы равной 55 – 80 °С (рисунок 12б).

По результатам исследования разработан способ ректификации в бражной пленочной колонне и представлены ее технико-экономические показатели. Согласно данным, при начальной концентрации этанола в бражке 2 % об., и температуре 60 °С, концентрация этанола в конденсате составит 25 – 30 % об. Колонна производительностью 80 м³/ч, колонна имеет высоту 12 метров, и диаметр 1,5 м, а ее металлоемкость по сравнению с колпачковой бражной колонной снизится на порядок.

Проведено сравнение насадочной колонны со спирально-призматической насадкой с показателями колонны, выполненной из пластин, для получения абсолютного этанола под вакуумом производительностью 7000 дал/сут. Внедрение колонны термической ректификации позволит снизить в 4 раза массу установки, уменьшить ее габариты, снизить градиент давления по высоте колонны. Одним из неоспоримых преимуществ колонны термической ректификации, в сравнении с насадочной, является обеспечение равномерного распределения флегмы по высоте колонны.

Замена колпачковой колонны адиабатной ректификации на вихревую установку, работающую в условиях термической ректификации позволит уменьшить высоту аппарата в 2 раза, массу в 3 раза и увеличить диапазон ее устойчивой работы.

Разработанные колонны, в лесохимической промышленности, востребованы при получении талового масла, скипидара, эфирных масел, этанола, метанола, очистке лизина, уксусной кислоты и других многокомпонентных

смесей. А также рекомендуется использовать в производствах при восстановлении растворителей экстракционных процессов, используемых при переработки растительного сырья и разделения продуктов под вакуумом, например, при получении абсолютного этилового спирта.

Выводы по диссертации

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.

Условные обозначения:

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

По теме диссертации опубликованы следующие основные работы:

Статьи, опубликованные в журналах, входящих в базы SCOPUS и

Web of Science:

1. Voynov, N. A. Efficiency of a Vortex Contact Stage in Thermal Distillation / N. A. Voynov, O. P. Zhukova, D. A. Zemtsov, A. N. Voynov // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. – 2016. V. 50. № 5. – P. 707–712.

DOI: 10.1134/S0040579516050390, автора – 1,5 п.л.

2. Voynov, N. A. Study of Thermal Rectification in a Column with Low Mass Transfer on the Steps / N. A. Voynov, D. A. Zemtsov, O. P. Zhukova // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. – 2017. – V. 51. № 2. – P. 174–181.

DOI: 10.1134/S0040579517020130, автора – 2,5 п.л.

3. Voynov, N. A. Study of Thermal Fractionation Columns / N. A. Voynov, D. A. Zemtsov, O. P. Zhukova, V. A. Pan'kov // Chemical and Petroleum Engineering. – 2016. – V. 52. № 7–8. – P. 515 – 519. DOI: 10.1007/S10556-016-0224-3, автора – 0,5 п.л.

Статьи в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК:

4. Земцов Д. А. Укрепляющая колонна на основе эффектов термической ректификации / Д. А. Земцов, Н. А. Войнов // Хвойные бореальной зоны. – 2015. – Т. 33, № 3 – 4. – С. 153 – 155, автора – 1,5 п.л.

5. Земцов, Д. А. Колонна с низким сопротивлением на основе термических эффектов / Д. А. Земцов, Н. А. Войнов // Химия растительного сырья. – 2016. – № 2. – С. 117 – 122, автора – 2,5 п.л.

6. Войнов, Н. А. Контактные ступени неадиабатной ректификации / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов, О. П. Жукова // Техника и технология пищевых производств. – 2017. – Т. 44. № 1. – С. 58 – 64, автора – 2 п.л.

7. Земцов, Д. А. Интенсификация массообмена при термической ректификации / Д. А. Земцов, О. П. Жукова, Н. А. Войнов, Ю. Д. Алашкевич // Химическое и нефтегазовое машиностроение. – 2017. – № 9. С. 8 – 10, автора – 0,5 п.л.

Патенты

8. Пат. 2580727 Российская Федерация, МПК В01D1/22. Вихревой испаритель - конденсатор / Н. А. Войнов, О. П. Жукова, С. А. Ледник, Д. А. Земцов; заявитель и патентообладатель: ФГБОУ ВО «Сибирский государственный технологический университет» (СибГТУ) – № 2014149199/05; заявл. 05.12.2014; опубл. 10.04.2016, Бюл. № 10. – 2 с, автора – 0,5 п.л.

9. Пат. 2569118 Российская Федерация МПК F28D5/02, F28B9/00. Пластинчатый пленочный теплообменник / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов, О. П. Жукова, Ю. Д. Алашкевич; заявитель и патентообладатель: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Сибирский государственный технологический университет" (СибГТУ) – № 2014127640/06, заявл. 07.07.2014; опубл. 20.11.2015, Бюл. № 32. – 2 с, автора – 0,5 п.л.

В других журналах и материалах конференций:

10. Войнов, Н. А. Теплосъём при кипении во вращающемся газожидкостном слое / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов, О. П. Жукова // X Семинар

вузов по теплофизике и энергетике: материалы междунар. науч. конф. – Казань: КГЭУ. – 2015. – С. 305 – 309, автора – 2 п.л.

11. Земцов, Д. А. Исследование термических эффектов в ректификационной колонне / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов // Лесной и химический комплексы – проблемы и решения: сб. ст. всерос. науч.-практич. конф. – Красноярск: СибГТУ. – 2015. – Т. 1. – С. 310 – 313, автора – 2 п.л.

12. Войнов, Н. А. Исследование колонны с низким сопротивлением при термической ректификации / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов // Интенсификация тепло-массообменных процессов, промышленная безопасность и экология: материалы четвертой всерос. студенческой науч.-технич. Конф.– Казань: КНИТУ – 2015. – С. 100 – 104, автора – 2,5 п.л.

13. Земцов, Д. А. Исследование парциальной конденсации в колонне с низким массообменом / Д. А. Земцов, Н. А. Войнов, И. В. Земцова // Решетневские чтения: сб. ст. XX Юбилейной междунар. науч.-практич. конф., посвященной памяти генерального конструктора ракетно-космических систем академика М. Ф. Решетнева – Красноярск: СибГАУ. – 2016. – Ч. 2. – С. 337 – 339, автора – 1 п.л.

14. Войнов, Н. А. Вихревые массообменные контактные ступени / Н. А. Войнов, Д. А. Земцов, О. П. Жукова, И. В. Земцова // Технические науки: научные приоритеты учёных: междунар. науч.-практич. конф. – Пермь. – № 1. – С. 48 – 52, автора – 1 п.л.

15. Войнов, Н. А. Совершенствование установок на основе термической ректификации / Н. А. Войнов, О. П. Жукова, Д. А. Земцов, И. В. Земцова // Новые достижения в химии и химической технологии растительного сырья: материалы VII всерос. конф – Барнаул: АГУ, 2017. – С. 362 – 363, автора – 0,5 п.л.

Сдано в печать ____ . ____ . 2017 г.
1/16.

Формат 60x84

Объем 1,0 п.л. Тираж 100 экз. Изд. № _____. Заказ № _____.

Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика
М.Ф. решетнева
660049, г. Красноярск, пр.им. газеты Красноярский рабочий, 31
Редакционно-издательский центр
Тел. (391) 227-69-90