

*М. В. АЛЕКСЕЕВ*

## **ПРОЦЕССЫ РЕКТИФИКАЦИИ**

11.1  
А47

Инженер-полковник М. В. АЛЕКСЕЕВ

# ПРОЦЕССЫ РЕКТИФИКАЦИИ

## ЦИКЛ ЛЕКЦИЙ

*Одобрено кафедрой пожарной профилактики*

589/18824

БИБЛИОТЕКА  
ФИПТ и Б ВШ  
БРСШО НЫЙ ФОНД

Процесс ректификации растворов широко применяется в технике. Подавляющее большинство горючих и легковоспламеняющихся жидкостей (этиловый, метиловый и другие спирты, все нефтепродукты, бензол, толуол и ксилолы, эфиры простые и сложные, ацетон и т. д.) получается с использованием процессов ректификации.

Пожарным работникам приходится встречаться с процессами ректификации при рассмотрении проектов и при пожарно-техническом обследовании многих производственных предприятий. Так как установки ректификации применяются чаще всего для разделения горючих и легковоспламеняющихся растворов (жидкостей и сжиженных газов), а происходящие в них процессы скрыты от наблюдателя и являются достаточно сложными, то это вызывает необходимость изучения сущности их работы, устройства основных аппаратов, их пожарной опасности и пожарно-профилактических мероприятий.

В данной работе рассмотрена сущность ректификации, устройство и работа ректификационных колонн, пожарная опасность процесса и пожарная профилактика. Кроме того, приведен расчетный материал, позволяющий более глубоко познать сущность процесса ректификации и его пожарную опасность.

В конце работы даны элементы расчета адсорбционных установок. Этот материал является дополнением к VI главе книги автора «Пожарная профилактика в технологических процессах, связанных с обращением горючих и легковоспламеняющихся жидкостей» (Изд. МКХ РСФСР, 1955 г.).

## 1. СУЩНОСТЬ РЕКТИФИКАЦИИ. РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ УСТАНОВКИ

### ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ О РАСТВОРАХ ЖИДКОСТЕЙ

В состав растворов входят взаиморастворимые жидкости, имеющие различную летучесть и температуру кипения. Расположим жидкости, входящие в состав раствора, по мере возрастания температур кипения и обозначим их буквами: А, Б, В и т. д. Весовое содержание этих жидкостей в растворе обозначим соответственно: а, б, в и т. д.

Если бы каждая из жидкостей, составляющих раствор, была в чистом виде, то давление ее паров зависело бы только от температуры. Давление насыщенных паров жидкостей в чистом виде обозначим:  $P_a$ ,  $P_b$ ,  $P_v$  и т. д. Давление насыщенных паров тех же жидкостей над раствором будет зависеть не только от температуры, но и от концентрации их в жидкой фазе.

В идеальных растворах при равновесии концентраций между жидкой и паровой фазами давление насыщенных паров можно определить по закону Рауля, согласно которому для каждого компонента справедливо равенство:

$$p_a = P_a x_a,$$

$$p_b = P_b x_b,$$

где  $p_a$ ,  $p_b$  — парциальное давление, т. е. давление насыщенного пара легкокипящего и высококипящего компонентов в смеси в мм рт. ст.;

$P_a$ ,  $P_b$  — давление насыщенного пара чистого легкокипящего и высококипящего компонентов в мм рт. ст.;

$x_a$ ,  $x_b$  — молекулярная концентрация легкокипящего и высококипящего компонентов в жидкой фазе в долях моля.

Когда раствор состоит из компонентов, полностью растворимых друг в друге, то общее давление паров над раствором согласно закону Дальтона равно сумме парциальных давлений компонентов, входящих в состав смеси, т. е.

$$P_{\text{общ}} = p_a + p_b + \dots,$$



где  $P_{\text{общ}}$  — общее давление паров над раствором в мм. рт. ст.;  
 $P_a, P_b$  — соответственно парциальные давления паров компонентов а, б.

Подставляя вместо  $P_a, P_b$  и т. д. их выражения из закона Рауля, получим:

$$P_{\text{общ}} = P_a x_a + P_b x_b + \dots,$$

где  $P_a, P_b$  — давление паров каждого из компонентов раствора в чистом виде;  
 $x_a, x_b$  — молекулярная концентрация компонентов а, б в жидкой фазе.

Давление паров компонентов раствора в чистом виде приводится в таблицах справочников. Для некоторых жидкостей давление паров при различных температурах дано в Приложении.

Величину давления насыщенного пара жидкости в зависимости от температурных условий испарения можно определить также по следующей формуле:

$$\ln P_s = -\frac{q}{RT} + C,$$

где  $q$  — теплота испарения одного моля жидкости;  
 $R$  — газовая постоянная;  
 $T$  — температура в °К;  
 $C$  — постоянная интегрирования.

Это уравнение можно написать в экспоненциальном виде:

$$P_s = ae^{-\frac{q}{RT}},$$

где  $a$  — постоянная величина.

Молекулярную (молярную) концентрацию компонентов в растворе, если известно их весовое процентное содержание, определяют следующим образом:

$$x_a = \frac{\frac{a}{M_a}}{\frac{a}{M_a} + \frac{b}{M_b} + \dots} \text{ долей моля;}$$

$$x_b = \frac{\frac{b}{M_b}}{\frac{a}{M_a} + \frac{b}{M_b} + \dots} \text{ долей моля}$$

где а, б — состав компонентов жидкой фазы в весовых процентах;

$M_a, M_b$  — молекулярные веса компонентов.

Численное значение  $x_a, x_b$  всегда меньше единицы.

Следовательно, паровая фаза, образующаяся при испарении растворов, по своему составу отличается от состава жидкой фазы: в парах над жидкостью легколетучего компонента всегда больше,

чем в самой жидкости, т. е. паровая фаза раствора по сравнению с жидкой фазой всегда обогащена легкокипящими компонентами. Эта закономерность выражена первым законом Д. П. Коновалова: «пар обогащается тем компонентом, прибавление которого к жидкости повышает давление пара над ней или понижает ее температуру кипения».

Температура кипения идеальных растворов непостоянна, она меняется в зависимости от изменения состава жидкой фазы в пределах температур кипения компонентов (легко- и высококипящего) в чистом виде. Лишь в некоторых случаях смеси взаиморастворимых жидкостей в любых отношениях имеют постоянные точки кипения. Постоянная точка кипения раствора имеет место в том случае, когда составы жидкой и паровой фаз будут одинаковыми. Величина постоянной точки кипения у некоторых растворов будет выше температур кипения каждого из компонентов в чистом виде (например, раствор состава 20% ацетона и 80% хлороформа имеет температуру кипения 65°, а в чистом виде ацетон кипит при 56° и хлороформ при 61,2°; раствор состава 77,5% муравьиной кислоты и 22,5% воды имеет температуру кипения 107°, а в чистом виде температура кипения компонентов соответственно равна 100,5° и 100°). Вместе с тем у некоторых растворов величина постоянной точки кипения будет ниже температур кипения компонентов (например, состав 95% этилового спирта и 5% воды имеет температуру кипения 78,15°, а в чистом виде этиловый спирт кипит при температуре 78,4° и вода при 100°; состав из 32% этилового спирта и 68% бензола имеет температуру кипения 68°, что ниже температур кипения и спирта и бензола).

У таких смесей согласно второму закону Д. П. Коновалова «максимум давления пара отвечает минимуму температуры кипения раствора, а минимум давления пара отвечает максимуму температуры кипения». Именно этим точкам соответствуют нераздельно кипящие, т. е. азеотропные смеси.

Растворы, не имеющие постоянной точки кипения, можно разделить путем перегонки на составляющие их компоненты с любой заданной степенью чистоты.

## ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ О ПЕРЕГОНКЕ РАСТВОРОВ

Под перегонкой понимают физический процесс разделения растворов, основанный на использовании тепловой энергии для однократного или многократного испарения жидкости с последующей конденсацией паров.

Сущность процесса перегонки растворов рассмотрим на примере разделения бинарной (двойной) смеси «бензол+толуол». Изменение состава жидкой и паровой фаз, а также температуры кипения раствора показано кривыми на рис. 1. На оси абсцисс отложена молекулярная концентрация раствора по легкокипящему компоненту (бензол), на оси ординат — температура кипения. На основании опытных или расчетных данных построены:

кривая *I* изменения температуры кипения раствора и кривая *II* изменения концентрации легкокипящего компонента в паровой фазе, находящейся в каждый данный момент в состоянии подвижного равновесия с жидкостью. Кривая *I* дает возможность найти температуру кипения раствора при любой концентрации жидкой фазы. Например, температура кипения раствора, содержаще-

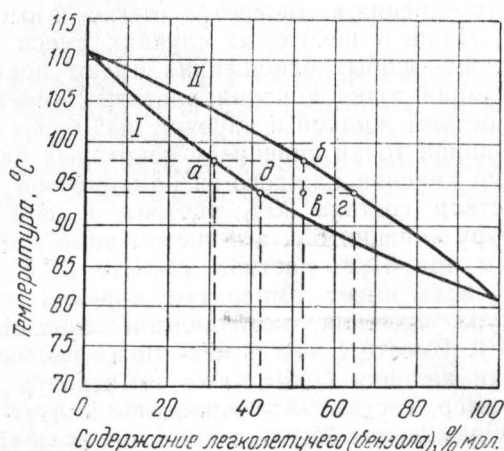


Рис. 1. Диаграмма зависимости изменения температуры кипения раствора от изменения концентрации жидкой фазы  
*I* — изменение температуры кипения раствора;  
*II* — изменение концентрации паровой фазы

го 32% (молекулярных) бензола, будет соответствовать ординате точки *a*, в нашем случае 98°C. Получившийся при этом пар будет состоять также из бензола и толуола, но их концентрация не будет равна концентрации жидкого раствора.

Так как в каждый данный момент времени температуры жидкости и пара могут считаться одинаковыми, то концентрация паровой фазы будет соответствовать абсциссе точки *b*, лежащей на кривой *II*. В нашем случае концентрация бензола в парах будет равна 53%. Здесь наглядно видно, что при кипении раствора паровая фаза обогащается легкими фракциями (с 32% в жидкости до 53% в паре). Следовательно, частичное разделение растворов можно осуществить, отбирая получающиеся при кипении пары и конденсируя их. Этот способ разделения растворов называется простой перегонкой. Он не имеет большого практического значения, так как дает эффект только при большой разности между температурами кипения компонентов.

Если получающийся при кипении раствора пар охлаждать, но не до полной конденсации его, то образуется двойная система:

конденсат и несконденсировавшийся пар, которые будут иметь различную концентрацию. Пар будет содержать больше легкокипящего компонента, а конденсат — больше высококипящего компонента. Это наглядно видно из рис. 1. Допустим, что паровую фазу, содержащую 53% бензола (точка *б* на кривой *II*), охлаждаают до состояния, характеризующегося точкой *в* между кривыми *I* и *II*. Так как температуры оставшегося пара и получившейся жидкости будут примерно одинаковыми, то, проведя горизонтальную линию через точку *в*, получим точки *г* и *д*, характеризующие состав пара и жидкости.

В нашем случае оставшийся пар будет содержать 65%, а конденсат — 43% бензола. Следовательно, процесс неполной (частичной) конденсации паровой фазы, так же как и процесс испарения раствора, сопровождается обогащением паровой фазы легкокипящими компонентами.

Жидкость, получающуюся в результате частичной конденсации пара, называют флегмой, а аппараты, где происходит процесс частичной конденсации — дефлегматорами. Разделение растворов с использованием частичной конденсации паровой фазы называют перегонкой с дефлегмацией пара.

Продолжая последовательно проводить процессы испарения и частичной конденсации, можно в конечном счете получить разделенные друг от друга компоненты раствора. Этот принцип и лежит в основе ректификации. Таким образом, ректификацией или фракционированием называется процесс одновременного и многократно повторного испарения раствора и частичной конденсации паров, осуществляемый в одном аппарате — ректификационной колонне.

В ректификационной колонне происходит обмен концентрациями между жидкой и паровой фазами — первая постепенно теряет легкие компоненты, отдавая их пару, а вторая постепенно теряет тяжелые компоненты, передавая их жидкости, причем пар и жидкость все время находятся в состоянии подвижного равновесия.

Изменение концентрации пара и жидкости в колонне можно проследить по кривым рис. 1, но они не дают непосредственной зависимости между ними.

Значительно большее практическое значение имеют так называемые кривые равновесия, дающие непосредственную зависимость

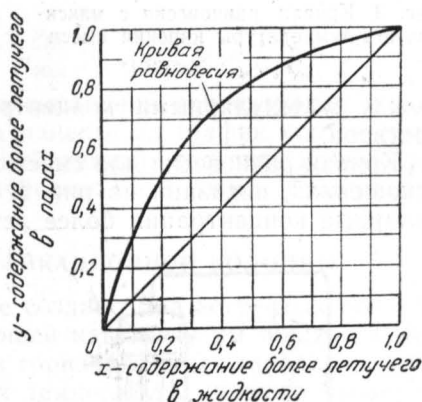


Рис. 2. Кривая равновесия жидкостей, растворимых в любых отношениях

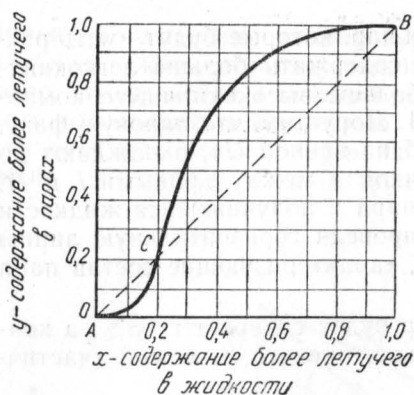


Рис. 3. Кривая равновесия с максимумом температуры кипения смеси

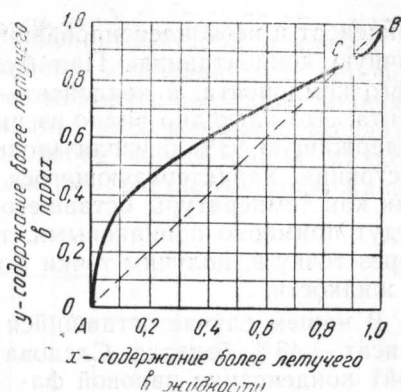


Рис. 4. Кривая равновесия с минимумом температуры кипения смеси

между молекулярными концентрациями жидкой и паровой фаз раствора.

Кривая равновесия для смеси жидкостей, растворимых в любых отношениях, показана на рис. 2. На оси абсцисс отложены молекулярные концентрации более летучего компонента в жидкости  $x$ ,

а на оси ординат — в паровой фазе  $y$ . Если раствор не имеет постоянной точки кипения, то кривая равновесия не пересекает диагональ графика, при наличии постоянной точки кипения кривые равновесия пересекают диагональ графика, как это показано на рис. 3 и 4. Кривые равновесия дают возможность увидеть характер изменения концентрации жидкой и паровой фаз, кроме того, они необходимы для расчета ректификационных колонн.

Кривые равновесия для растворов могут быть построены на основании опытных данных. Кроме того, они могут быть построены также по результатам аналитического вычисления концентрации жидкой и паровой фаз раствора, если известна величина давления паров компонентов в чистом виде при различных температурах кипения раствора. Это

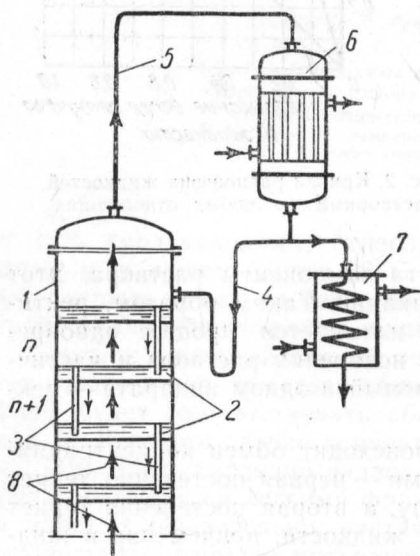


Рис. 5. Схема материальных потоков в колонне

1 — колонна; 2 — тарелки; 3 — сливные трубы для стока флегмы; 4 — труба для подачи флегмы; 5 — шлемовая труба; 6 — дефлегматор; 7 — конденсатор; 8 — поток пара

делается так. Для каждого значения температуры кипения раствора можно рассчитать молекулярную концентрацию легкокипящего компонента в жидкой  $x$  и в паровой  $y$  фазах.

Решая совместно уравнения закона Рауля и Дальтона, найдем, что

$$x_a = \frac{P_{\text{общ}} - P_b}{P_a - P_b} \text{ долей моля.}$$

Зная  $x_a$  можно определить парциальное давление паров:

$$p_a = x_a P_a.$$

По величине парциального давления паров легкокипящего компонента можно найти молекулярную концентрацию его в паровой фазе

$$y_a = \frac{p_a}{P_{\text{общ}}}.$$

По найденным значениям молекулярной концентрации жидкой и паровой фаз раствора можно нанести на график соответствующие точки и, соединив их плавной линией, получить кривую равновесия. Чем больше точек вычислено, тем точнее будет кривая равновесия.

#### СХЕМА РАБОТЫ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ

В ректификационной колонне создают два встречных потока — поднимающихся паров и стекающей навстречу им жидкости. Контакт между ними происходит на горизонтальных тарелках, причем пар, подходя к тарелкам, имеет температуру немного выше, чем жидкость, находящаяся на них. Схема материальных потоков в колонне показана на рис. 5. Колонна 1, представляющая собой вертикальный цилиндрический аппарат, имеет горизонтальные тарелки 2, счет которым ведется сверху вниз. Тарелки между собой соединены сливными трубками 3 и на каждой из них находится все время обновляемый слой жидкости — флегмы. Свежая флегма подается в колонну по трубе 4. Каждая тарелка имеет устройство, обеспечивающее возможность равномерного прохождения через флегму поднимающихся паров. Возьмем, например,  $n$  тарелку. Так как флегма на этой тарелке несколько холоднее проходящего через нее пара, то это приведет к частичной конденсации паров, а за счет теплоты конденсации жидкость будет кипеть, т. е. произойдет частичное испарение флегмы. При этом пар несколько обогатится легкокипящим компонентом, а флегма — высококипящим. Такой процесс происходит на каждой тарелке. После обмена концентрациями поток пара  $\delta$  поднимется к вышележащей тарелке, а поток флегмы стечет по трубкам 3 на нижележащую тарелку для нового взаимоконтакта. В результате неоднократного обмена концентрациями пар, выходя из колонны, будет иметь состав ректификата, а флегма — состав остатка. Пар из колонны по шлемовой трубе 5 поступает в дефлегматор 6 и конденсатор 7.



Так как флегма на каждой тарелке находится в состоянии кипения, а состав ее изменяется от ректификата (наверху) до остатка (внизу), следовательно и температура по высоте колонны неодинакова: наверху она соответствует температуре кипения ректификата, а внизу — температуре кипения остатка. Состав флегмы, подаваемой на орошение колонны, должен быть примерно таким же, как и состав ректификата, поэтому после конденсации выходящего из колонны пара часть полученной жидкости подают снова в колонну, а остальную часть направляют в приемники готовой продукции. Отношение количества кг-молей жидкости, подаваемой на орошение  $G_{\phi}$ , к количеству кг-молей получаемого ректификата  $G_p$  называют флегмовым числом, которое обозначается  $R$ .

$$\text{Следовательно, } R = \frac{G_{\phi}}{G_p}.$$

Знание величины флегмового числа необходимо при расчете процессов ректификации, так как от его значения зависит количество тарелок ректификационной колонны (максимальному флегмовому числу соответствует минимальное количество тарелок и, наоборот, минимальному флегмовому числу — бесконечно большое число тарелок).

## ОСНОВНЫЕ ЧАСТИ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН И ИХ НАЗНАЧЕНИЕ

Из приведенного выше видно, что при разгонке растворов легкокипящий компонент (ректификат) получают в виде паров, выходящих из верха колонны по трубе большого диаметра, которую называют обычно шлемовой, а высококипящий компонент (остаток) отводят из низа колонны. Таким образом, концентрация флегмы в колонне изменяется от состава ректификата до остатка. Следовательно, на каких-то тарелках колонны состав флегмы будет примерно равен составу начальной смеси, т. е. составу раствора, подлежащего ректификации. Именно в эту часть колонны и подводится начальная смесь. Подогретая начальная смесь, поступая в колонну, частично испаряется. Образующаяся паровая фаза движется вверх, а не испарившаяся часть начальной смеси смешивается с флегмой и стекает вниз, как показано на рис. 6.

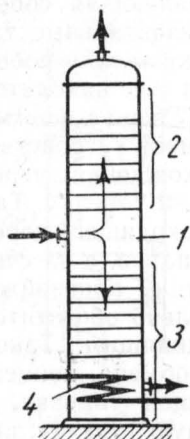


Рис. 6. Основные части ректификационной колонны

Та часть колонны, куда подается начальная смесь и где происходит ее испарение называется эвапорационным объемом 1. Часть колонны выше эвапорационного объема, т. е. выше ввода начальной смеси, называется укрепляющей, или ректификационной частью 2 колонны, так как

в ней паровая фаза укрепляется легкими фракциями. Часть колонны, которая находится ниже ввода начальной смеси, называется отгонной, или исчерпывающей частью 3 колонны, так как в ней из стекающей вниз флегмы отгоняются оставшиеся легкие фракции. Чтобы и в нижней части колонны (в отгонной части) происходил процесс ректификации, необходимо наличие паровой фазы. Для воспроизводства паровой фазы внизу колонны размещают подогреватель-кипятильник 4. Таким образом, верхняя часть колонны непрерывно питается флегмой, а нижняя — подогревается.

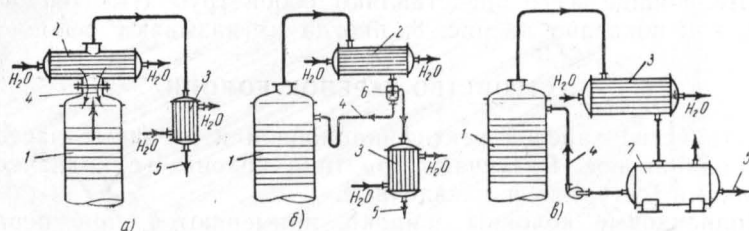


Рис. 7. Системы орошения колонн флегмой

а — горячее орошение с дефлегматором на колонне; б — горячее орошение с отдельно стоящим дефлегматором; в — холодное орошение; 1 — колонна; 2 — дефлегматор; 3 — конденсатор-холодильник; 4 — подача флегмы; 5 — ректификат; 6 — сепаратор; 7 — емкость

Питание колонны флегмой может осуществляться по-разному. Очень часто флегма получается за счет частичной конденсации пара в дефлегматоре, установленном непосредственно на колонне, как показано на рис. 7а или отдельно от колонны, но так, чтобы флегма самотеком стекала в нее, как показано на рис. 7б. Такое питание называется «горячим» орошением. В некоторых случаях в колонну подается «холодное» орошение. При этом весь пар, вы-

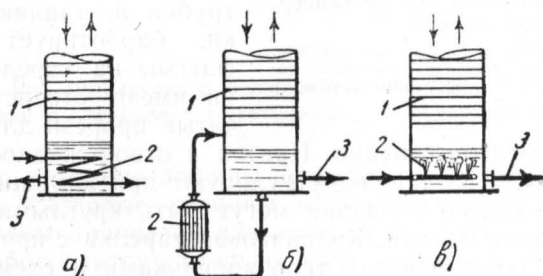


Рис. 8. Системы подогрева колонны

а — внутренние змеевиковые подогреватели; б — выносные трубчатые подогреватели; в — внутренние подогреватели барботажные; 1 — корпус колонны; 2 — подогреватель; 3 — линия отвода остатка из колонны



ходящий из колонны, конденсируется и конденсат охлаждается до требуемой температуры. Часть охлажденной жидкости подается в колонну в качестве орошения, как показано на рис. 7в.

Горячее орошение по сравнению с холодным более экономично в эксплуатации, но сложнее по устройству. Холодное орошение применяют для высокопроизводительных и наружных колонн.

Подогрев нижней части колонн может осуществляться внутренними или выносными подогревателями. Подогреватели (рис. 8) могут быть рекуперативного (для подогрева глухим паром) или барботажного типов для подогрева острым паром. Выносные подогреватели чаще всего представляют собой трубчатые теплообменники, как показано на рис. 8, иногда их называют ребойлерами.

### УСТРОЙСТВО ТАРЕЛОК КОЛОНН

Устройство тарелок ректификационной и отгонных частей колонн одинаковое. Различают три типа колонн — с колпачковыми тарелками, сетчатые и насадочные.

**Колпачковые колонны** широко применяются при перегонке растворов, так как обеспечивают хороший взаимоконтакт между паром и флегмой на тарелках.

Схема устройства колпачковой ректификационной колонны показана на рис. 9.

К сварному корпусу колонны или собранному из отдельных царг 1 крепятся тарелки 2. Каждая тарелка имеет несколько отверстий с невысокими патрубками 3. Патрубки прикрываются колпачками 4, нижние края которых погружены в жидкость. Смесь паров, поднимаясь, проходит патрубки и, удаляясь от колпачки, барботирует сквозь слой флегмы на тарелках. Колпачки имеют отверстия или зубчатые прорези для раздробления

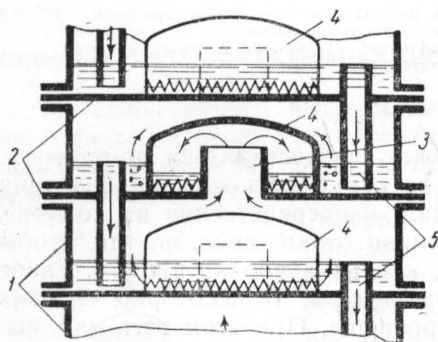


Рис. 9. Колпачковая ректификационная колонна

1 — царги корпуса колонны; 2 — тарелки; 3 — патрубки; 4 — колпачки (условно показан один); 5 — переливные трубки

пара на мелкие струйки. Приток и отвод жидкости, а также высоту жидкости на тарелке регулируют при помощи переливных трубок 5. По форме колпачки могут быть круглыми, многогранными и прямоугольными. Колпачковая тарелка с прямоугольными желобчатого (туннельного) типа колпачками и схема ее работы показаны на рис. 10.

Из устройства тарелок колпачковой колонны видно, что их особенностью является трудность опорожнения от флегмы, что бывает необходимо в случае аварии или возникновения пожара.

**Ситчатые колонны** применяют значительно реже, чем колпач-

ковые. Тарелки колонн этого типа имеют большое количество мелких (от 0,8 до 3 мм) отверстий, как показано на рис. 11. Давление и скорость пара, проходящего через отверстия тарелки, должны быть достаточными для преодоления давления слоя флегмы на

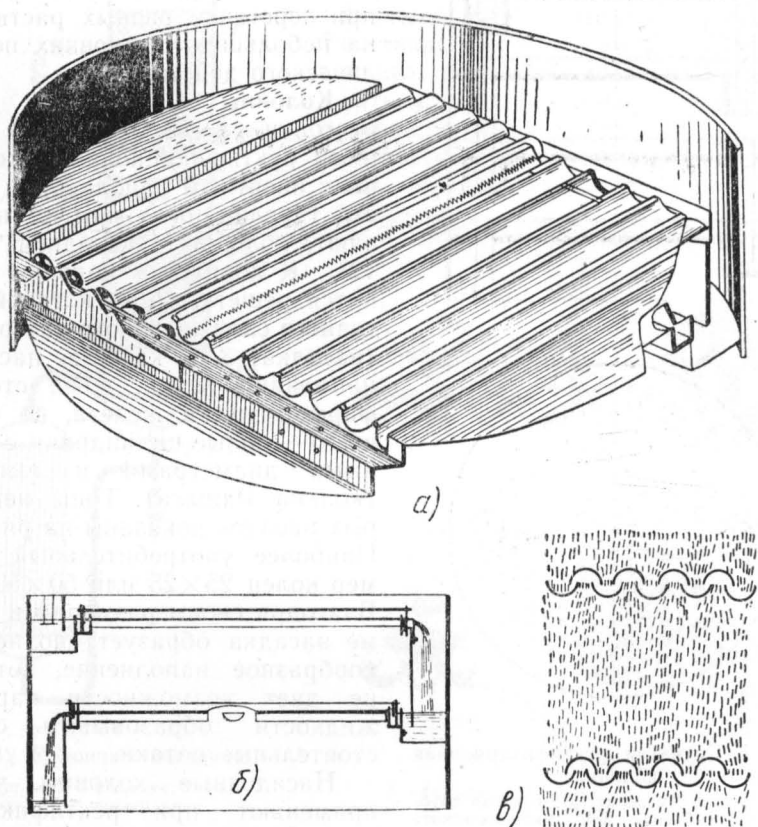


Рис. 10. Тарелка с желобчатыми колпачками

а — общий вид; б — продольный разрез колонны; в — схемы работы тарелки

тарелке и в то же время должны препятствовать ее стеканию через отверстия. Сетчатые колонны эффективно работают только при определенном диапазоне давления, и поэтому регулирование режима их работы затруднительно. При внезапном прекращении подачи пара или значительном снижении его давления тарелки сетчатой колонны полностью опорожняются от жидкости. Чувствительность к колебаниям нагрузки и осадкам, которые могут быстро забивать отверстия и создавать условия для образования повышенных давлений, ограничивают область применения сетча-

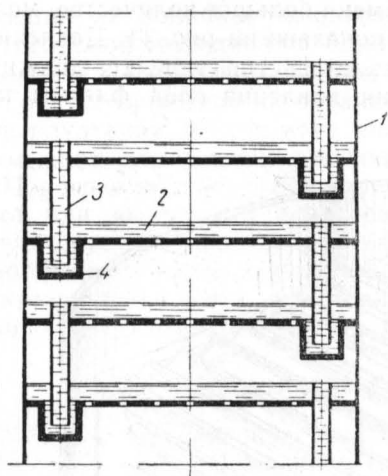


Рис. 11. Ситчатая ректификационная колонна

1 — корпус; 2 — тарелка; 3 — сливная трубка; 4 — углубление для гидравлического затвора

25% потерь давления колпачковой колонны таких же размеров. Колонны с насадкой можно сравнительно легко опорожнять, промывать и продувать.

Колонны другого устройства в промышленности применяются весьма редко.

#### ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА РЕКТИФИКАЦИОННОЙ УСТАНОВКИ

Перегонка растворов чаще всего происходит на установках непрерывного действия.

Для хорошей работы непрерывно действующей установки необходимо обеспечить соблюдение следующих условий: начальная

тых колонн. Их применяют главным образом при ректификации сжиженного воздуха, и в том случае, когда колонну по условиям производства требуется часто останавливать (например, при перегонке разных растворов на небольших установках периодического действия).

**Колонны с насадкой.** Для разгонки растворов широко принимают ректификационные колонны с инертным наполнением вместо тарелок или, как их называют, колонны с насадкой (рис. 12). К корпусу 1 колонны крепится решетка 2, на которой находится слой инертного материала (насадка) 3. В качестве насадки применяют кварц, кокс, стекло, фарфор, куски железа, но чаще всего — полые цилиндрики с равными диаметрами и высотой (кольца Рашига). Типы некоторых насадок показаны на рис. 13. Наиболее употребительный размер колец  $25 \times 25$  или  $50 \times 50$  мм. Благодаря своим размерам и форме насадка образует вполне однообразное наполнение, которое не дает возможности пару и жидкости образовывать самостоятельные потоки.

Насадочные колонны часто применяют при ректификации под вакуумом, так как потери давления у них составляют 20 —

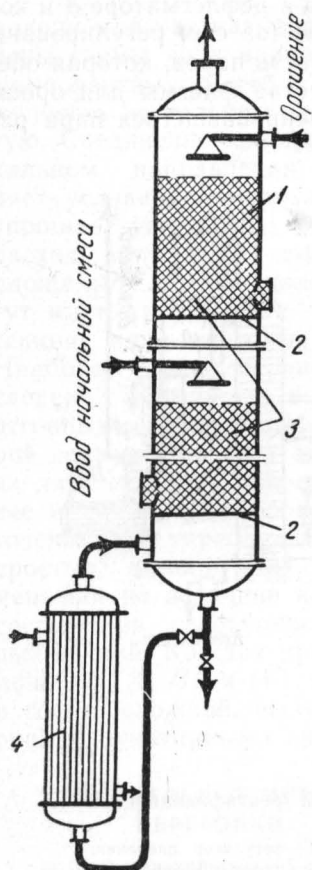


Рис. 12. Колонна с насадкой

1 — корпус; 2 — решетка; 3 — насадка; 4 — кипятильник

смесь должна иметь постоянный состав и давление, перед поступлением в колонну она должна быть нагрета примерно до температуры кипения, верхняя часть колонны должна непрерывно орошаться флегмой приблизительно такого же состава, как и состав ректификата, а низ колонны должен подогреваться. Принципиальная схема ректификационной установки (рис. 14) остается неизменной вне зависимости от того, где этот процесс используется.

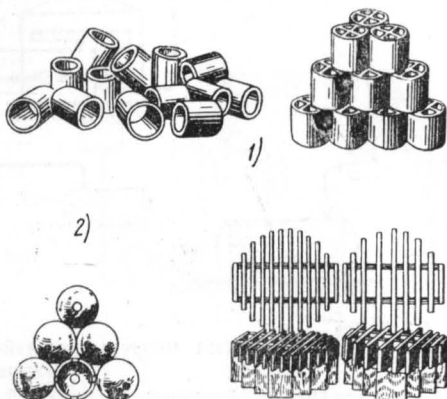


Рис. 13. Типы насадок

1 — кольца; 2 — шары; 3 — хордовая насадка

Постоянное давление начальной смеси, которая забирается из емкости 1 насосом 2, достигается применением напорного бачка 3 или регулятора давления 4. Затем начальная смесь подогревается. В зависимости от величины температуры кипения смеси подогрев ее может осуществляться паровыми подогревателями 5 или трубчатыми печами 6. Подогретая смесь подается в эвaporационный объем ректификационной колонны 7. Указанная колонна позволяет разделить раствор только на две фракции; такие колонны называются простыми ректификационными колоннами. В результате обмена концентрациями между паром и флегмой из верхней части колонны получают легколетучую фракцию. Вес выходящего из колонны пара равен сумме весов флегмы, идущей на орошение, и ректификата. Весь этот пар необходимо сконденсировать. Кон-

денсация паров может быть осуществлена в дефлегматоре 8 и конденсаторе-холодильнике 9. В дефлегматоре (за счет регулирования подачи воды) конденсируется только та часть паров, которая обеспечивает получение необходимого количества флегмы для орошения колонны. Смесь флегмы и несконденсировавшегося пара раз-

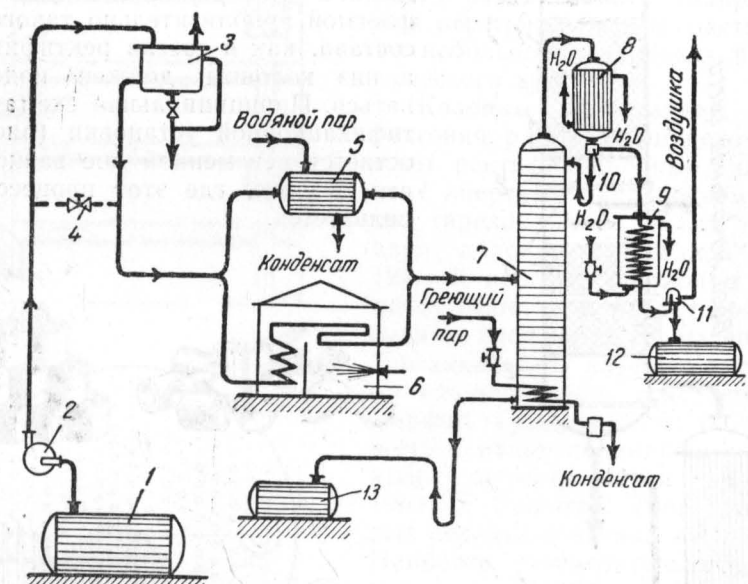


Рис. 14. Схема непрерывно действующей ректификационной установки

1 — емкость; 2 — насос; 3 — напорный бак; 4 — регулятор давления; 5 — паровой подогреватель; 6 — трубчатая печь; 7 — ректификационная колонна; 8 — дефлегматор; 9 — конденсатор-холодильник; 10 — сепаратор; 11 — смотровой фонарь; 12 — мерник ректификата; 13 — сборник остатка

деляется в сепараторе 10: жидкость самотеком поступает в колонну, а пар — в конденсатор-холодильник на полную конденсацию и охлаждение ректификата. Охлажденный ректификат, пройдя смотровой фонарь 11, стекает в мерник ректификата 12, из которого перекачивается на склад.

Высококипящая составная часть смеси отводится из нижней части ректификационной колонны в сборник 13.

## ПЕРЕГОНКА МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СМЕСЕЙ

В ряде случаев приходится разгонять сложные смеси (например, нефть, сырой бензол и др.), состоящие из нескольких взаиморастворимых жидкостей ( $A+B+C+\dots$ ). Для разделения таких смесей применяют систему последовательно соединенных простых

589/18824

колонн или так называемые сложные колонны. На рис. 15 приведены схемы двух вариантов установок для ректификации трехкомпонентных смесей. Сложная колонна представляет собой совокупность нескольких простых колонн, поставленных одна на другую. Соединение колонн в вертикальном направлении не изменяет условий ректификации, но упрощает установку, сокращает расход металла и занимаемые площади. Сложные колонны могут иметь внутренние отгонные секции или выносные секции. Наиболее распространены последние. Колонна с выносными отгонными секциями, схема которой показана на рис. 16, состоит из двух колонн: основная — более высокая, в которой сосредоточены все укрепляющие части простых колонн, и вторая — меньшая по величине колонна — состоит из совокупности отгонных секций. Каждая простая колонна (I, II, III и IV), входящая в состав сложной, выделена на рис. 16 пунктирными линиями.

### СПЕЦИАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ПЕРЕГОНКИ

В некоторых случаях перегонку растворов осуществляют с водяным паром, под вакуумом, а также с добавлением специальных веществ (экстрактивная и азеотропная дистилляция).

Перегонка с водяным паром применяется для снижения температурного режима ректификации. Если в жидкость, не смешивающуюся с водой и кипящую при высокой температуре, добавить воду, то температура кипения такой смеси при атмосферном давлении будет снижаться. Это следует из того, что общее давление над смесью равно сумме упругостей паров всех ее компонентов, в том числе и водяного пара.

Чтобы в сильной степени снизить температурный режим ректификации и тем самым избежать нежелательных процессов разложения или полимеризации, применяют метод перегонки под вакуумом. Вакуумная колонна устроена так же, как и обычная, только при той же производительности имеет значительно больший диаметр. Вакуум создается за счет интенсивной конденсации

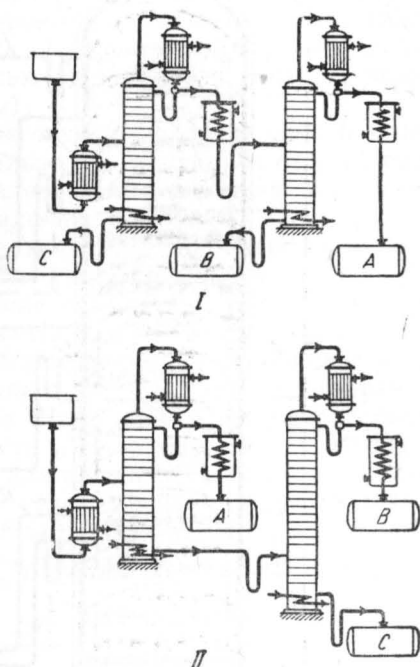


Рис. 15. Схемы установок для ректификации трехкомпонентных смесей  
I — последовательная отгонка менее летучих компонентов из раствора; II — последовательная отгонка более летучих компонентов из раствора.



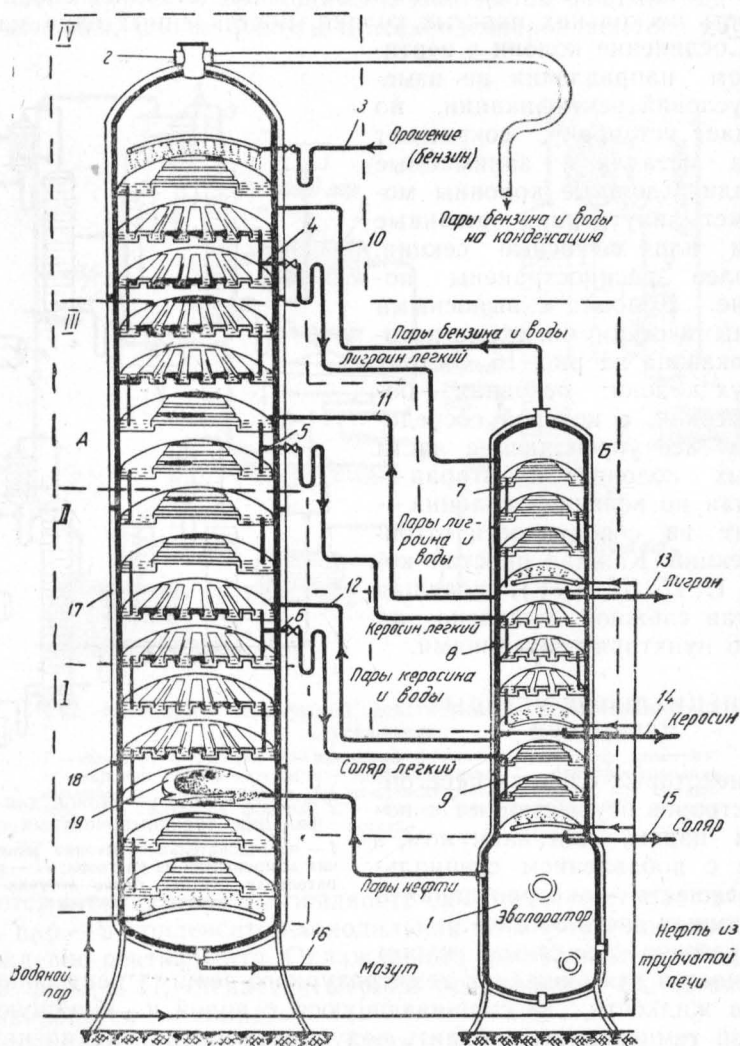


Рис. 16. Схема ректификационной колонны с выносными отгонными секциями

А — основная колонна; Б — отгонные секции колонны; 1 — испаритель; 2 — шлемовая труба; 3 — подача орошения; 4, 5, 6 — отвод флегмы в колонну Б; 7, 8, 9 — отгонные секции; 10, 11, 12 — отвод пара в основную колонну; 13, 14, 15, 16 — трубопроводы готовых продуктов и остатка; 17 — теплоизоляция; 18 — опорные кольца теплоизоляции; 19 — рассекатель струй (улитка)

паровой фазы и принудительного отсоса вакуум-насосами несконденсировавшихся продуктов.

Экстрактивная и азеотропная перегонка основаны на добавлении к смеси какого-либо растворителя для повышения различия в летучести трудно разделяемых компонентов. Этот метод применяется, когда разделяемая смесь имеет очень близкие по значению температуры кипения компонентов. При азеотропной дистилляции к смеси добавляют вещество, которое образует азеотропную смесь с каким-либо компонентом смеси (например, 100%-ный спирт получают при перегонке с примесью растворителя бензола, подаваемого в верхнюю часть колонны).

Кроме указанных способов перегонки, разработан способ молекулярной дистилляции, принципиально отличающийся от всех рассмотренных тем, что он осуществляется под глубоким вакуумом, соответствующим остаточному давлению  $10^{-2} \div 10^{-4}$  мм рт. ст. В этих условиях молекулы легче преодолевают силы взаимного притяжения, коэффициент летучести увеличивается и растет длина свободного пробега молекул. Если поверхности испарения и поверхности конденсации расположить на расстоянии, несколько меньшем длины свободного пробега молекул легкокипящего компонента (2—3 см), то отрывающиеся от поверхности испарения молекулы более летучего вещества будут попадать непосредственно на конденсационную поверхность и улавливаться ею. Молекулярная дистилляция применяется для получения специальных сортов масел и жиров, витаминов и углеводов из натуральных масел и жиров. Вещества, способные разлагаться при глубоком вакууме, не могут подвергаться молекулярной перегонке.

---



## II. ЭЛЕМЕНТЫ РАСЧЕТА РЕКТИФИКАЦИОННЫХ УСТАНОВОК

Расчет ректификационных установок имеет целью определить, какое количество конечных продуктов получается из разгоняемого раствора, найти требуемое число тарелок ректификационной колонны для обеспечения необходимой четкости ректификации раствора, определить основные размеры колонны и необходимое количество тепла для подогрева низа колонны. Обычно бывают заданы: производительность колонны по начальной смеси; составы начальной смеси, ректификата и остатка; рабочее давление в колонне.

### ВЫХОД РЕКТИФИКАТА И ОСТАТКА

Количество ректификата и остатка, которое может быть получено при перегонке начальной смеси заданного состава, определяется из уравнений материального баланса.

Если обозначить

$G_{н.с}$  — количество начальной смеси, поступающей на перегонку, в  $кг/час$ ;

$G_{рект}$  — количество получаемого ректификата в  $кг/час$ ;

$G_{ост}$  — количество получаемого остатка в  $кг/час$ ;

$a_{н.с}$ ,  $a_p$  и  $a_o$  — содержание легкокипящего компонента в весовых % (соответственно в начальной смеси, в ректификате и в остатке)

и предположить, что материальные потери в колонне отсутствуют, тогда будет справедливо равенство:

$$G_{н.с} = G_{рект} + G_{ост}.$$

Такое же уравнение можно составить применительно к легкокипящему компоненту, т. е.:

$$G_{н.с} a_{н.с} = G_{рект} a_p + G_{ост} a_o.$$

Решая совместно эту систему уравнений, находят весовые выходы ректификата и остатка.

## ЧИСЛО ТАРЕЛОК РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ

В основу расчета числа тарелок положена работа идеальной колонны. Идеальной колонной называется такая, на каждой тарелке которой соприкасающиеся пары и флегма находятся в состоянии полного равновесия. Число тарелок в ректификационной колонне зависит от ряда факторов, из которых наиболее важными являются следующие:

- а) физические свойства разделяемых жидкостей;
- б) полнота соприкосновения пара с флегмой;
- в) отношение количества орошения к количеству ректификата, т. е. величина флегмового числа.

Из физических свойств разделяемых жидкостей, составляющих раствор, на необходимое количество тарелок в колонне наибольшее значение оказывают их температуры кипения. Чем ближе друг к другу температуры кипения, тем труднее разделить раствор и тем больше тарелок должна иметь колонна.

На практике полного соприкосновения между паром и флегмой на тарелках никогда не достигается, т. е. полное равновесие между паром и флегмой отсутствует. Поэтому действительное количество тарелок в колонне должно быть выше теоретически найденного, чтобы осуществить требуемую четкость разделения. Отношение между теоретическим числом тарелок  $n_t$  и действительно необходимым  $n$  называется коэффициентом полезного действия колонны  $\eta$ .

$$\eta = \frac{n_t}{n}.$$

Величина коэффициента полезного действия колонны не превышает значений  $0,4 \div 0,8$ . Количество тарелок колонны в значительной степени зависит от величины флегмового числа  $R$ . Чем больше флегмовое число, тем меньше тарелок может иметь колонна. Следовательно, флегмовым числом необходимо задаваться так, чтобы количество тарелок не было чрезмерно большим и чтобы не пришлось подавать в колонну слишком много жидкости на орошение.

Определение числа тарелок ректификационной колонны чаще всего производят графическим способом. При этом в целях упрощения принимают следующие допущения (практически мало отличающиеся от действительности):

а) количество *кг-молекул* пара, поднимающегося по колонне, является неизменным. Следовательно, объем паровой фазы, проходящей через каждое сечение колонны в единицу времени, будет одинаковым;

б) начальная смесь вводится в колонну предварительно подогретой до температуры ее кипения;

в) конденсат в дефлегматоре, т. е. флегма, подаваемая на орошение колонны, и пар, поднимающийся с верхней тарелки колонны, имеют одинаковый состав.

Чтобы определить графическим способом число тарелок идеальной колонны, нужно, кроме кривой равновесия для данной смеси, уметь построить так называемые линии концентраций для укрепляющей и отгонной частей колонны.

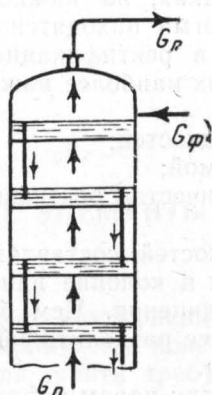


Рис. 17. Схема ректификационной колонны для вывода уравнения линии концентрации

Уравнение линии концентрации для укрепляющей части колонны можно вывести следующим образом. Для первой (верхней) тарелки колонны, как видно из схемы на рис. 17, имеет место равенство:

$$G_n = G_\phi + G_p, \quad (1)$$

где  $G_n$  — количество кг-молекул пара, поднимающегося с тарелки (выходящего из колонны);

$G_\phi$  — количество кг-молекул флегмы, поступающей в колонну на орошение;

$G_p$  — количество кг-молекул получаемого ректификата. Уравнение (1) можно представить в следующем виде:

$$G_n = G_p \left( \frac{G_\phi}{G_p} + 1 \right),$$

но

$$\frac{G_\phi}{G_p} = R,$$

следовательно,

$$G_n = G_p (R + 1). \quad (2)$$

Уравнение (2) показывает, что вес паров  $G_n$ , поднимающихся с первой тарелки колонны, равен сумме весов ректификата  $G_p$  и обратно стекающей флегмы  $G_\phi$ . Указанная закономерность справедлива для любого сечения ректификационной колонны, т. е. поднимающиеся с какой-либо тарелки пары как бы состоят из паров ректификата и паров сопровождающих, которые на вышележащей тарелке конденсируются и стекают с нее в виде флегмы на нижележащую тарелку. Имея это в виду, можно написать уравнение (1) для  $n$ -ной тарелки применительно к легкокипящему компоненту смеси

$$G_n y_{n+1} = G_\phi x_n + G_p x_p, \quad (3)$$

где  $y_{n+1}$  — концентрация легкокипящего в парах, поднимающихся с  $n+1$  тарелки;

$x_n$  — концентрация флегмы, стекающей с  $n$ -ной тарелки;

$x_p$  — концентрация ректификата.

Так как количество *кг-молекул* пара, поднимающегося по колонне, остается неизменным, подставим в уравнение (3) выше найденные значения

$$\begin{aligned} G_p(R+1)y_{n+1} &= G_p R x_n + G_p x_p, \\ \text{или} \quad y_{n+1} &= \frac{R}{R+1} x_n + \frac{1}{R+1} x_p. \end{aligned} \quad (4)$$

Заменив постоянные величины этого уравнения

$$\frac{R}{R+1} = a \quad \text{и} \quad \frac{x_p}{R+1} = b,$$

будем иметь

$$y_{n+1} = ax_n + b. \quad (5)$$

Полученные уравнения (4) и (5) представляют собой уравнение прямой линии, наклоненной к оси абсцисс под углом  $\arctg a$  и отсекающей на оси ординат отрезок  $b$ . Это уравнение называют уравнением концентрации укрепляющей части ректификационной колонны, а прямую — линией концентрации.

По аналогии с уравнениями (4) и (5) можно написать уравнение концентрации для отгонной части ректификационной колонны:

$$x'_n = \frac{R+1}{G_{н.с} + R} y'_{n+1} + \frac{G_{н.с} - 1}{G_{н.с} + 1} x_0, \quad (6)$$

где  $G_{н.с}$  — количество *кг-молей* начальной смеси;

$x_0$  — концентрация легкокипящего компонента в остатке.

Заменив постоянные величины этого уравнения, будем иметь:

$$x'_n = a' y'_{n+1} + b'. \quad (7)$$

Это и есть уравнение линии концентрации отгонной части колонны. Сравнивая между собой кривую равновесия и линии концентрации, можно сказать, что кривая равновесия устанавливает зависимость между составом паровой и жидкой фаз на тарелках ректификационной колонны, а линии концентраций дают зависимость между составом пара, поступающего на данную тарелку, и флегмой, стекающей с этой же тарелки.

Линии концентраций могут быть изображены графиками. Найдем те точки, через которые должна пройти линия концентрации укрепляющей части колонны (см. рис. 18).

Чтобы найти координаты одной из точек, лежащей на линии концентраций, возьмем сечение колонны выше первой тарелки.

При этом  $x_n$  будет равно  $x_p$ , тогда из уравнения концентрации получим:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_p + \frac{x_p}{R+1} = \frac{x_p}{R+1} (R+1),$$

или

$$y_{n+1} = x_p.$$

Но так как концентрация легкокипящего компонента в ректификате по условию равна концентрации его в парах, поднимающихся с первой тарелки колонны, то:

$$y_{n+1} = y_p.$$

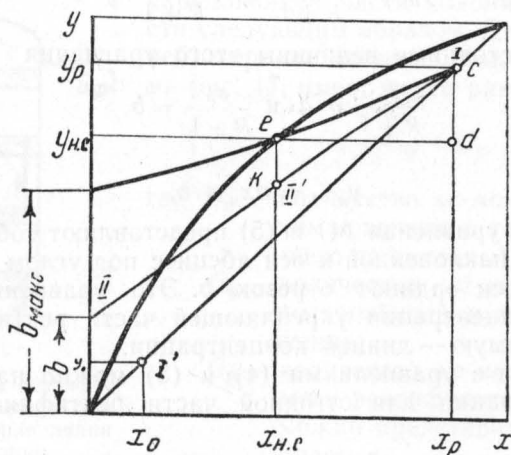


Рис. 18. Построение линии концентрации укрепляющей части колонны

Следовательно, координаты первой точки будут:  $I(x_n = x_p; y_{n+1} = y_p)$ , т. е. эта точка лежит на диагонали и ее координаты соответствуют составу ректификата. Чтобы найти координаты второй точки, лежащей на линии концентраций, возьмем случай, когда  $x_n$  будет равно 0.

Тогда:  $y_{n+1} = \frac{x_p}{R + 1} = b$ .

Следовательно, координаты второй точки будут:

$$II(x_n = 0; y_{n+1} = b).$$

Уравнение линии концентраций показывает, что наклон ее  $\operatorname{tg} a$  и отрезок  $b$ , отсекаемый на оси ординат, зависят только от величины флегмового числа (при постоянном значении  $x_p$ ). Выше говорилось о том, как величина флегмового числа влияет на число тарелок ректификационной колонны. Следовательно, чтобы колонна имела нормальные размеры и была экономична в эксплуатации, необходимо определить оптимальную величину флегмового числа.

Оптимальное значение флегмового числа находится по формуле:

$$R = nR_{\min},$$

Величину  $R_{\min}$  находят по формуле:

или графически, зная  $x_p$  и  $b_{\max}$  (см. рис. 18):

Формула (8) легко выводится. Из рис. 18 видно, что при  $R_{\min}$

Решая полученное равенство, будем иметь:

или  $R_{\min} [(x_p - x_{H, c}) - (y_p - y_{H, c})] = y_p - y_{H, c}$ .

но  $y_p = x_p$ , следовательно:

Чтобы провести линию концентрации отгонной части колонны, надо также найти хотя бы две точки, лежащие на этой прямой. Координаты первой точки могут быть найдены, если принять, что  $x_n = x_0$ , а второй точки — если решить совместно уравнения линий концентраций укрепляющей и отгонной частей колонны [уравнения (4) и (6)].

Не приводя здесь этих решений, отметим, что линия концентрации отгонной части колонны пройдет через точку  $I'(x_n = x_0; y_n = y_0)$  и через точку пересечения линий концентрации укреплённой части с ординатой начальной смеси, т. е.  $II'(x_n = x_{н.}; y_n = y_k)$ .

После того, как на график нанесены кривая равновесия для данной смеси и линии концентрации для укрепляющей и отгонной частей колонны (см. рис. 19), приступают к построению уступчатых прямых для

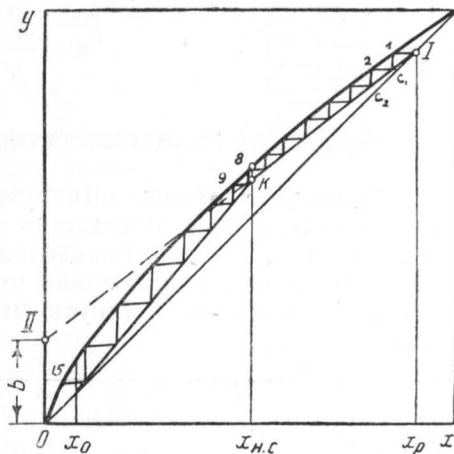


Рис. 19. Построение уступчатых линий для определения числа теоретических тарелок

определения числа тарелок идеальной колонны. Известно, что пары ректификата, покидающего колонну, имеют состав  $x=x_p$ ;  $y=y_p$  и находятся в равновесии с орошением, стекающим из дефлегматора. Следовательно, для определения состава орошения необходимо провести из точки  $I$  горизонталь до пересечения с кривой равновесия в точке  $1$ . Абсцисса точки  $1$  и будет искомым состав орошения. Пары, поднимающиеся со второй тарелки, не находятся в равновесии с орошением, стекающим на эту тарелку, и их состав можно найти, проведя вертикаль из точки  $1$  до пересечения с линией концентрации в точке  $c_1$ . Координата точки  $c_1$  есть состав паров, поднимающихся со второй тарелки, так как линия концентрации устанавливает зависимость между составом паров, поднимающихся с любой тарелки, и составом жидкости, стекающей на эту тарелку. Флегма на второй тарелке находится в состоянии равновесия с парами. Следовательно, ее состав может быть найден, если провести горизонталь из точки  $c_1$  до пересечения с кривой равновесия. Координаты полученной точки  $2$  представляют состав флегмы на второй тарелке. Повторяя рассуждения подобным образом, строится ступенчатая ломаная линия до пересечения горизонтального участка с ординатой начальной смеси. Число теоретических тарелок укрепляющей части колонны будет равно числу горизонтальных отрезков ломаной линии или числу ступеней (на рис. 19 получено 8 тарелок). Подобно концентрационной части строится ломаная ступенчатая линия для отгонной части колонны до тех пор, пока один из горизонтальных участков пересечется с ординатой остатка. Число горизонтальных отрезков или ступеней даст количество теоретических тарелок в отгонной части колонны. В нашем примере получено 7 тарелок. Начальная смесь должна подаваться между 8 и 9 тарелками. Количество реальных тарелок будет больше, так как

$$n = \frac{n_T}{\eta}$$

## ОСНОВНЫЕ РАЗМЕРЫ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН

а) **Диаметр колонны.** Диаметр ректификационной колонны можно определить, если известно количество пара, движущегося по колонне, и скорость его движения. Так как количество *кг-молей* пара во всех сечениях колонны одинаково, то применительно к верхней части колонны секундный объем паровой фазы будет равен:

$$V_n = \frac{G_n}{3600 \gamma_t} = \frac{G_p (R+1)}{3600 \gamma_t} \text{ м}^3/\text{сек},$$

где  $G_n$  — вес паровой фазы в *кг/час*;  
 $\gamma_t$  — объемный вес паров при температуре кипения жидкости в *кг/м<sup>3</sup>*;  
 $V_n$  — объем паровой фазы в *м<sup>3</sup>/сек*.



Объемный вес паров будет равен:

$$\gamma_t = \gamma_0 \frac{T_0}{T_{\text{раб}}}; \quad \gamma_0 = \frac{M}{22,4} \text{ нм}^3/\text{кг},$$

где  $M$  — молекулярный вес паров ректификата;  
 $T_{\text{раб}}$  — температура кипения ректификата в °К.

Скоростью движения паровой фазы в колонне задаются в пределах расстояния между тарелками или определяют по эмпирическим формулам:

$$\omega_n = \frac{0,818}{\sqrt{\gamma_t}} \text{ м/сек} \quad \text{или} \quad \omega_n = 1,055 \sqrt{\frac{\gamma_{\text{ж}}}{\gamma_t}} \text{ м/сек},$$

где  $\omega_n$  — скорость движения паров в м/сек;

$\gamma_{\text{ж}}$  — объемный вес жидкого ректификата в кг/л.

Тогда диаметр колонны можно найти из равенства:

$$V_n = \frac{\pi D^2}{4} \omega_n,$$

или

$$D = \sqrt{\frac{4V_n}{\pi \omega_n}} \text{ м}.$$

б) **Количество и диаметр патрубков на тарелке.** Суммарную площадь патрубков тарелки принимают равным 20—25% от площади тарелки. Задаваясь формой и числом колпачков, можно определить диаметр патрубка или наоборот.

в) **Высота колонны.** Зная действительное число тарелок в колонне и расстояние между ними, находят высоту ее (см. рис. 20)

$$H_{\text{общ}} = h_n + h_{\text{отг}} + h_{\text{эв}} + h_p + h_b,$$

где  $H_{\text{общ}}$  — общая высота колонны в м;

$h_n$  — высота нижней части колонны, где размещается кипятильник; принимается исходя из конструктивных соображений (чаще всего 1÷1,5 м);

$h_{\text{отг}}$  — высота, занимаемая тарелками отгонной части колонны;

$h_{\text{эв}}$  — высота эвапорационной части колонны в м;

$h_p$  — высота, занимаемая тарелками укрепляющей части колонны, в м;

$h_b$  — высота колонны над первой тарелкой. Принимается, исходя из конструктивных соображений (чаще всего 0,5÷1,0 м).

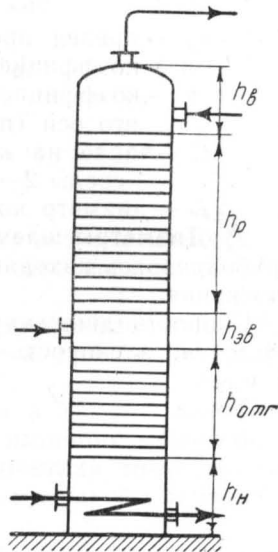


Рис. 20. Высота ректификационной колонны



Если расстояния между тарелками принять равными  $l$  м, то:

$$h_p = l(n_p - 1) \text{ м},$$

$$h_{\text{отг}} = l(n_{\text{отг}} - 1) \text{ м},$$

$$h_{\text{эв}} = (1 \div 2) l \text{ м},$$

где  $n_p$  — число тарелок ректификационной части колонны;

$n_{\text{отг}}$  — число тарелок отгонной части колонны.

г) **Толщина стенки колонны.** Определение толщины стенки корпуса колонны производят из расчета наибольшего допускаемого рабочего давления с учетом износа на коррозию по следующей формуле:

$$\delta = \frac{pD}{230 [\sigma_p] - p} \cdot \frac{1}{\varphi} + C \text{ мм},$$

где  $\delta$  — толщина стенки в мм;

$p$  — расчетное давление (максимальное рабочее давление) в колонне в кг/см<sup>2</sup>;

$[\sigma_p]$  — допускаемое напряжение материала на разрыв в кг/мм<sup>2</sup>,

$$[\sigma_p] = \frac{\sigma_p}{n};$$

$\sigma_p$  — предел прочности материала (для стали 36 кг/мм<sup>2</sup>);

$n$  — коэффициент запаса прочности (1,8 ÷ 4,25);

$\varphi$  — коэффициент прочности сварного шва в направлении его оси (принимается равным 0,8 ÷ 0,95);

$C$  — запас на коррозию материала (для корродирующей среды 2—6 мм, для некорродирующей 0,5—1 мм);

$D$  — диаметр колонны в мм.

д) **Диаметры шлемовой трубы и жидкостных линий.** Диаметры трубопроводов находят, исходя из расхода продукта и скорости его движения.

Скорость движения пара в шлемовой трубе принимают 12—18 м/сек, а скорость движения жидких продуктов в трубах до 2 м/сек.

Тогда

$$d_{\text{ш.т}} = \sqrt{\frac{4V_n}{\pi w_n}} \text{ м}$$

$$d_{\text{ж}} = \sqrt{\frac{4V_{\text{ж}}}{\pi w_{\text{ж}}}} \text{ м},$$

где  $d$  — диаметры шлемовой и жидкостных линий;

$V_n$  — объем паровой фазы, уходящей из колонны, в м<sup>3</sup>/сек;

$V_{\text{ж}}$  — объем жидких продуктов в м<sup>3</sup>/сек ( $V_{\text{ж}} = \frac{G}{\gamma_{\text{ж}}}$ );

$\omega$  — скорость движения пара и жидкости по трубам в м/сек.

е) **Толщина теплоизоляции.** Для уменьшения потерь тепла корпус колонны защищается теплоизоляцией. Толщина слоя теплоизоляции может быть определена из уравнения передачи тепла через многослойную стенку колонны при стационарном тепловом режиме.

График изменения температур при прохождении тепла через стенку колонны показан на рис. 21. При стационарном режиме тепловой поток, проходящий через единицу площади любого слоя ограждения колонны в один час, будет постоянным, следовательно:

$$Q_1 = Q_2 = Q_3 = Q_4,$$

где  $Q_{1,2,3,4}$  — тепловой поток, идущий от кипящей жидкости через каждый слой стенки в воздух помещения.

Раскроем два последних члена этого равенства

$$Q_3 = \frac{\lambda_{из}}{\delta_{из}} (t_{из} - t_{пов}) \text{ ккал/м}^2 \text{ час.}$$

$$Q_4 = \alpha (t_{пов} - t_{возд}) \text{ ккал/м}^2 \text{ час.}$$

откуда

$$\delta_{из} = \frac{\lambda_{из}}{\alpha} \cdot \frac{(t_{из} - t_{пов})}{(t_{пов} - t_{возд})} \text{ м,}$$

где  $\delta_{из}$  — толщина слоя изоляции в м;  
 $\lambda_{из}$  — теплопроводность слоя изоляции в ккал/м час град;  
 $t_{из}$  — температура на внутренней поверхности изоляции в °С;  
 $t_{пов}$  — температура на наружной поверхности изоляции в °С;  
 $\alpha$  — коэффициент теплоотдачи от поверхности в воздух в ккал/м² час град;  
 $t_{возд}$  — температура окружающей среды в °С.

Температура на внутренней поверхности изоляции может быть найдена расчетом, но с достаточной для практики точностью ее можно принять на 4—6° меньше рабочей температуры в нижней части колонны.

Температуру наружной поверхности теплоизоляции принимают в пределах 40°.

Коэффициент теплоотдачи  $\alpha$  находится по формулам теплопередачи, по таблицам или по упрощенной формуле:

$$\alpha = 7 + \frac{t_{пов}}{20} \text{ ккал/м}^2 \text{ час град.}$$

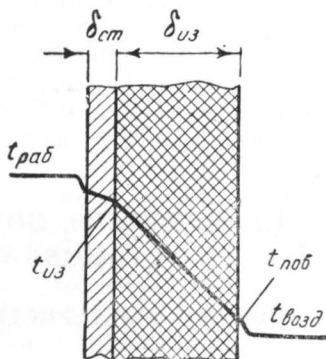


Рис. 21. Теплоизоляция колонны и график изменения температур при прохождении тепла через стенку

### **III. ПРИЧИНЫ ПОЖАРОВ НА РЕКТИФИКАЦИОННЫХ УСТАНОВКАХ И ИХ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

#### **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПОЖАРНОЙ ОПАСНОСТИ ПРОЦЕССОВ РЕКТИФИКАЦИИ**

Процессы, протекающие при ректификации растворов, требуют наличия внутри колонн паровой фазы и жидкого раствора, нагретых на каждой тарелке до температуры кипения. Следовательно, температурный режим работы колонн всегда выше верхнего предела взрываемости паров разгоняемых жидкостей.

При нормальной работе образование взрывоопасных концентраций исключается также в подогревателях, дефлегматорах, сепараторах и холодильниках-конденсаторах.

Только в мерниках, промежуточных емкостях и напорных баках могут быть опасные концентрации. Чтобы установить это, достаточно сравнить температуру жидкостей в аппаратах с их температурными пределами взрываемости.

Так, например, 30%-ный раствор ацетона в воде поступает в мерники и напорные баки цеха ректификации, имея температуру  $16^{\circ}\text{C}$ . После ректификации чистый ацетон проходит мерники и промежуточные емкости с температурой  $20^{\circ}$ . В этом случае в мерниках и напорных баках сырья будет взрывоопасная концентрация, так как для раствора указанной крепости\* температурные пределы взрываемости находятся в интервале от  $+11$  до  $+31^{\circ}$ , а температура жидкости  $16^{\circ}\text{C}$ .

В мерниках и промежуточных емкостях с ректификатом концентрация паров будет выше верхнего предела взрыва, так как температурные пределы взрываемости ацетона от  $-20$  до  $+6^{\circ}\text{C}$ , а температура жидкости в этих аппаратах  $20^{\circ}\text{C}$ .

Ректификационные колонны имеют высоту от 6—8 до 30—35 м и имеют диаметр от 1 до 4 м, а иногда и более. В каждой колонне находится большое количество горючей или легковоспламеняющейся жидкости, нагретой до высокой температуры, и через каж-

\* М. Г. Годжелло и др. «Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости», изд. МКХ РСФСР, 1956, стр. 60.

дую колонну проходит большое количество паров этих жидкостей. Так, например, в нефтяной колонне средней производительности на тарелках и в нижней части одновременно находится около 15 т горючей жидкости. Через каждое сечение колонны проходит за 1 час от 30 до 60 т пара и около 20—40 т флегмы.

Большинство ректификационных колонн работает под небольшим положительным давлением. Обычно давление в колоннах не превышает 1,2—2 атм, иногда доходит до 5—7 атм и очень редко бывает выше. Значительно меньшее количество колонн работает под вакуумом.

Из этого вытекает, что внутренний объем всех ректификационных колонн в момент работы изолирован от окружающего воздуха и что горючая среда может образоваться только в результате выхода наружу парообразного или жидкого продукта через неплотности или повреждения. У колонн и конденсаторов, работающих под вакуумом, образование неплотностей и повреждений вызывает подсос воздуха внутрь системы.

Образованию неплотностей и повреждений способствует наличие у каждой колонны большого количества различного рода соединений. Корпус большинства колонн сварной или клепаный. Иногда корпус состоит из отдельных колец с фланцами, так называемых царг (см. рис. 9). Между фланцами царг находятся прокладки. Колонны имеют значительное количество люков. К корпусу колонны присоединяется большое количество трубопроводов, контрольных трубок и т. п.

Утечка обрабатываемого продукта из колонны наружу может привести к различным последствиям в зависимости от места повреждения по высоте колонны и от места расположения колонны. Температура внутри колонны по ее высоте не одинакова. Как было установлено выше, на каждой тарелке колонны устанавливается температура, соответствующая температуре кипения флегмы данного состава. Наиболее высокая температура будет в нижней части, а наиболее низкая — в верхней части колонны. Так как давление в колонне небольшое, можно считать, что температура верха колонны будет примерно равна температуре кипения легкокипящего компонента, а температура низа колонны будет примерно равна температуре кипения высококипящего компонента. Рабочая температура в нижней части большинства ректификационных колонн, а в верхней части всех колонн ниже температуры самовоспламенения разгоняемых жидкостей. Только в некоторых колоннах, разделяющих растворы с высокими температурами кипения и работающих при давлении значительно выше атмосферного, температура продукта в нижней части может превышать температуру его самовоспламенения.

К первой группе можно отнести колонны для разделения спиртов, эфиров, ароматических углеводородов, стабилизационные и подобные им бензиновые колонны и т. п.

При появлении неплотностей и повреждениях в любой точке по высоте таких колонн выходящие наружу жидкость и паровая фаза

не воспламеняются, но приведут к образованию местных, а при больших повреждениях и общеобъемных взрывоопасных паровоздушных концентраций. Воспламенение паров в этом случае может произойти только от внешнего источника тепла. Частным случаем является ректификация водных растворов горючих жидкостей (метиловый спирт и вода; этиловый спирт и вода; ацетон и вода и т. п.). При появлении неплотностей и повреждений в нижней части таких колонн пожарная опасность не создается, так как выходящий продукт будет представлять собой очень слабый водный раствор.

Ко второй группе можно отнести колонны для разгонки мазутов, продуктов крекинга нефти и газа, каменноугольных и древесных смол и т. п.

При появлении неплотностей и повреждений в нижних частях таких колонн выходящая наружу жидкость и паровая фаза могут воспламениться при соприкосновении с воздухом. Например, при перегонке нефти до мазута температура нижней части колонны равна  $330-350^{\circ}$ , а температура самовоспламенения мазутов  $320-350^{\circ}$ ; при разгонке продуктов термического крекинга нефтепродуктов температура нижней части первичной ректификационной колонны равна  $380-400^{\circ}$ , а температура самовоспламенения флегмы низа этой колонны  $390-410^{\circ}$ ; температура низа колонны при разгонке каменноугольных смол равна  $370-400^{\circ}$ , а температура самовоспламенения остатка (каменноугольный пек)  $200-220^{\circ}$  и т. д.

Небольшие утечки через неплотности, образовавшиеся в корпусе колонны, не всегда можно быстро и легко обнаружить, так как колонны для поддержания постоянного температурного режима и для уменьшения потерь тепла в окружающую среду имеют теплоизоляцию. Выходящий наружу продукт постепенно пропитывает теплоизоляцию, образуя на поверхности маслянистые или сероватые пятна. При неплотном прилегании теплоизоляции к корпусу колонны жидкость, стекая вниз, пропитывает на своем пути теплоизоляцию. Поэтому возникновение пожара при утечках из колонны нередко сопровождается распространением огня не только по растекающейся горючей жидкости, но и по пропитанной горючими жидкостями теплоизоляции.

Последствия утечек продукта через неплотности и повреждения могут быть различны в зависимости от размещения колонн. Аппараты ректификационных установок размещаются как в производственных зданиях, так и на открытых площадках. На открытом воздухе расположено большинство колонн нефтяной и коксобензольной промышленности. За последнее время все чаще стали размещать на открытых площадках и этажерках ректификационные аппараты химических производств. В производственных помещениях размещают колонны спиртовой и лесохимической промышленности, некоторых производств органической химии и в целом ряде других химических производств, находящихся главным образом в зоне холодного климата.

При небольших утечках из колонн, расположенных на открытом воздухе, пары рассеиваются в атмосферу, а при значительных утечках загазовывается вся близлежащая территория. Утечка с загазовыванием территории более опасна, чем горение струи выходящего продукта, так как в этом случае взрывоопасная смесь пара с воздухом, воспламенившись от любого источника, мгновенно охватывает огнем всю территорию и аппараты, расположенные на ней.

Производственные здания ректификационных цехов не имеют благоприятных условий для рассеивания паров при утечке, особенно при недостаточной вентиляции. В этом случае при утечках и повреждениях облегчается возможность образования местных, а иногда и общеобъемных взрывоопасных концентраций.

### ПРИЧИНЫ ОБРАЗОВАНИЯ ГОРЮЧЕЙ СРЕДЫ

Появление неплотностей и повреждений в процессе эксплуатации колонн вызывается как химическим износом материала, так и образованием повышенных давлений, температурными и динамическими воздействиями. Поэтому материал и оборудование колонн должны соответствовать свойствам разгоняемого раствора и режиму ректификации.

Коррозии подвергаются в основном внутренняя поверхность колонны, патрубки, колпачки и шлемовая труба. Коррозия идет как за счет самого обрабатываемого продукта, так и за счет примесей, в нем находящихся. Наиболее сильно изнашиваются места соединений, находящиеся в паровом пространстве. Усиленному химическому износу способствует высокая температура и непрерывное движение потоков.

Интенсивность процесса химического износа можно проиллюстрировать на таком примере. У первичной ректификационной колонны одной из крекинг-установок, работающей на разделение нефтепродукта с наличием сернистых соединений, свободной серы и хлористых солей кальция и магния, были замерены толщины стенок при каждой остановке после годичной эксплуатации. Оказалось, что толщина стальной колонны через два года работы уменьшилась с 22 до 10 мм, т. е. средний износ корпуса колонны составил 6 мм в год.

Даже при ректификации слабокоррозийных растворов (например, спиртоводных) через несколько лет эксплуатации наблюдается сильный химический износ тарелок, корпуса колонн и прокладок. Например, на одном из спиртозаводов в верхней части альдегидной колонны разъело уплотняющую прокладку между фланцем царг. Уплотнение было выполнено хлопковым шнуром на сурике. В результате образовавшейся неплотности легковоспламеняющаяся жидкость сталаливаться внутрь цеха, попадая на верхнюю промежуточную площадку и стекая вниз по теплоизоляции колонны. При этом возникновения пожара можно было бы избежать, исключив возможность появления источника воспламенения. Но в



цах была внесена лампа «летучая мышь», от которой пары воспламенились и возникший пожар уничтожил здание цеха.

Следовательно, во избежание значительного химического износа материал корпуса колонн, тарелок, шлемовой трубы и прокладок следует выбирать в соответствии с химическими свойствами обрабатываемого продукта. Так, например, колонны для ректификации уксусной кислоты и вся теплообменная аппаратура выполняются из меди; колонны для ректификации растворов с наличием сернистых соединений должны изготавливаться из легированной стали, а тарелки и колпачки — из чугуна. Так как выполнение всего корпуса колонны из легированной стали неэкономично, то прибегают к устройству двухслойных колонн: внутренний тонкий слой (стакан) из хромоникелевой или другой стали, а наружный основной слой из обычной стали. В некоторых случаях, для защиты эвaporаторов от коррозии и для облегчения очистки их от отложений, внутренняя поверхность покрывается тонкой цементной коркой.

Соединение отдельных металлических листов корпуса колонны должно обеспечивать полную герметичность швов. Наибольшую плотность дают сварные колонны. В случае применения заклепочных соединений производят обварку швов и головок заклепок.

Повреждения механического характера могут появиться от работы при повышенных давлениях, от температурных деформаций, динамических воздействий и механического истирания материала стенок.

Работа колонны с повышенным внутренним давлением чаще всего приводит к ослаблению болтовых и заклепочных соединений, но может явиться также причиной нарушения целостности корпуса колонны, особенно если стенка ослаблена коррозией.

Повышенное давление в колонне создается увеличенной подачей начальной смеси, нарушением температурного режима, попаданием в высоконагретые колонны воды и нарушением нормальных условий отбора паровой фазы из колонны.

Увеличенная подача начальной смеси в колонну и греющего пара в подогреватель и кипятильник, а также работа колонны при повышенных температурных режимах вызывают образование в единицу времени значительно большего объема паровой фазы, вследствие чего давление в колонне повышается.

Увеличенную подачу начальной смеси в колонну и греющего пара в подогреватели и кипятильник может вызвать отсутствие на линиях автоматических регуляторов давлений или их неисправность. Нарушение температурного режима может произойти при отсутствии или неисправности контрольно-измерительных приборов (термометров, манометров) и автоматических регуляторов температуры.

Нарушение нормального отбора паровой фазы имеет место при неполной конденсации пара в конденсаторах-холодильниках и при неполном открытии задвижек на шлемовых трубах.

Если в дефлегматоры или конденсаторы-холодильники подача охлаждающей воды прекратится или будет поступать в недоста-

точном количестве, а также если будет подаваться вода с более высокой температурой, то, естественно, конденсация пара уменьшится или прекратится. В результате вся система, включая приемники ректификата, заполнится парами. Линия отвода несконденсировавшихся продуктов не сможет их удалить и по мере поступления новых порций начальной смеси давление непрерывно будет возрастать.

Такое же явление наступает при большом загрязнении теплообменных поверхностей конденсаторов-холодильников, когда нарушаются сроки очистки теплообменной поверхности. При этом резко уменьшается коэффициент теплопередачи от пара к воде и снижается интенсивность конденсации паровой фазы.

Давление, которое возникает в колонне при отсутствии конденсации паров в дефлегматоре и конденсаторе-холодильнике, можно определить по следующей формуле:

$$\Delta p = \frac{V_{\text{пара}}}{V_{\text{св}}} \text{ атм},$$

где  $V_{\text{пара}}$  — объем неконденсирующихся паров в  $\text{м}^3$ ;  
 $V_{\text{св}}$  — свободный объем колонны (0,7—0,8 от полного объема) в  $\text{м}^3$ .

Условно можно считать, что при отсутствии конденсации флегма в колонну поступать не будет и, следовательно, колонна будет воспроизводить только пары ректификата.

Объем паров, воспроизводимых колонной, но не конденсирующихся из-за отсутствия воды в дефлегматоре и конденсаторе в течение  $\tau$  минут, определится из выражения:

$$V_{\text{пара}} = \frac{G_p \tau}{\gamma_t 60} \text{ м}^3,$$

где  $G_p$  — производительность колонны по ректификату в  $\text{кг/час}$ ;  
 $\gamma_t$  — объемный вес паров ректификата при его температуре кипения в  $\text{кг/м}^3$ ;  
 $\tau$  — время, в течение которого отсутствует конденсация паров, в мин.

Некоторые ректификационные установки, работающие при незначительном давлении, имеют в помещении на смотровых фонарях (см. рис. 14) или на сепараторах линии «воздушки» для отвода из системы неконденсирующихся газов и пара (особенно часто это можно встретить на спиртозаводах). По этим линиям при нарушении нормального режима конденсации пара, особенно в летнее время, в воздух производственного помещения выходит большое количество горючих паров и горячей флегмы, создавая возможность образования взрывоопасных концентраций в помещении.

Для обеспечения постоянного давления в колонне подачу начальной смеси и острого водяного пара следует производить через автоматические регуляторы давления прямого или непрямого действия. Чаще всего применяют автоматические регуляторы пневматические и электронные. Могут применяться регуляторы подачи



греющего пара в зависимости от разности давлений верхней и нижней части колонны. Схема регулировки такого рода показана на рис. 22. Разница давлений в колонне 1 измеряется дифференциальным поплавковым манометром 2, показания которого через вторичный прибор 3 и реле 4 передаются исполнительному механизму 5, перемещающему паровой клапан 6.

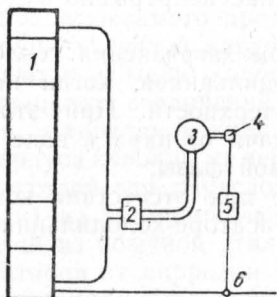


Рис. 22. Схема регулировки подачи пара в колонну

Для подачи начальной смеси весьма часто используют закрытые напорные баки, которые должны быть вынесены из производственного помещения, оборудованы переливной и аварийной линиями, а также дыхательной трубой, защищенной огнепреградителем.

Для контроля за режимом работы каждая колонна оборудуется контрольно-измерительными приборами. Обычно колонны оборудуют автоматическими указателями температур и давления верха и низа колонны и измерителями уровня жидкости в нижней части колонны.

Очень часто применяют приборы автоматического регулирования температуры верха колонн путем изменения количества подаваемой в колонну флегмы и температуры низа колонны — путем регулирования подачи теплоносителя. Чаще всего применяют регуляторы пневматического действия. Предельно допустимые температуры и давления указываются в инструкции. Контрольно-измерительные приборы и вторичные приборы регуляторов сосредотачиваются обычно в одном месте, что позволяет легко контролировать ход процесса.

Необходимо также наблюдать за температурой и количеством поступающей воды в дефлегматоры и конденсаторы-холодильники. Для подачи постоянного количества воды целесообразно иметь напорные баки или регуляторы давления. Вода должна подаваться чистой.

Периодически, в установленные технологической инструкцией сроки, должна производиться очистка теплообменной поверхности конденсаторов и холодильников от загрязнений.

Работа колонн по разделению некоторых растворов связана с возможностью забивания отверстий патрубков и труб твердыми отложениями. Во всех этих случаях повышается сопротивление прохождению паровой фазы и, следовательно, возрастает давление в объеме колонны ниже мест отложений.

Отложения в трубах и на тарелках ректификационных колонн можно ожидать:

а) при разгонке растворов, подвергающихся термическому разложению с образованием твердых коксоподобных веществ (перегонка нефтей, мазутов, масел, каменноугольных и древесных

смола и т. п.). Нагревание высококипящих жидкостей в трубчатых печах вызывает коксообразование. Частицы образовавшегося кокса выносятся потоком парожидкостной смеси из трубчатой печи и, поступая в ректификационную колонну, засоряют ее;

б) при разгонке растворов, склонных к полимеризации, — ректификация дивинила, винилацетиленов, акриловых эфиров, стирола и т. п. Полимеры образуются даже при нормальной эксплуатации, если перегонка производится без применения ингибиторов (антикатализаторов), но особенно сильное образование полимеров наблюдается при нарушении температурного режима работы;

в) при разгонке растворов, имеющих температуру кипения ниже  $0^{\circ}$ , возможны отложения на тарелках и в трубопроводах кристаллгидратных (ледяных) пробок. Подобные явления имеют место при ректификации сжиженных газов в производстве синтетического каучука из нефтяных газов, синтетического спирта и т. п. Этому способствует недостаточно качественная осушка разгоняемой смеси от влаги.

Засорение продуктами термического разложения чаще всего наблюдается у мест ввода начальной смеси в колонны, отложениями полимеров — в зоне более высоких температур (низ колонны, кипятильники) и отложениями кристаллгидратов в зоне наиболее низких температур.

Во избежание засорения патрубков тарелок твердыми примесями, которые могут образоваться в начальной смеси при ее нагревании в трубчатых печах, такую смесь перед подачей в колонну можно пропускать через испаритель (эвапоратор), представляющий собой цилиндрический аппарат со свободным объемом.

Для снижения интенсивности процесса полимеризации перегоняемых растворов снижают рабочие температуры, для аппаратов применяют такие материалы, которые могли бы явиться антикатализатором процесса, или добавляют к перегоняемому раствору специальные ингибиторы, замедляющие этот процесс. Так, например, при производстве органического стекла для торможения процесса полимеризации перегонку ведут под вакуумом, а аппараты выполняют из алюминия. При производстве синтетических каучуков и этилового спирта из нефтяных газов ректификация растворов производится с добавкой древесной смолы, затрудняющей образование полимеров. При хранении и ректификации стирола и других подобных ему жидкостей для торможения процессов полимеризации добавляют небольшое количество гидрохинона.

Колонны для разгонки полимеризующихся растворов имеют, как правило, по два выносных подогревателя-кипятильника, чтобы не останавливая работу колонны, можно было очищать их от полимеров.

Чтобы избежать отложений кристаллгидратов, подлежащие ректификации газовые смеси предварительно осушают, пропуская их через батареи с хлористым алюминием или хлористым кальцием. Иногда к местам возможного отложения кристаллгидратов

подводят небольшое количество спирта-ректификата (метилового или этилового) или их подогревают.

Во всех этих случаях в установленные технологической инструкцией сроки производят очистку поверхности аппаратов и трубопроводов от отложений. Очистка осуществляется механическим и химическим способами.

Резкие и большие давления в колонне, способные вызвать разрушение корпуса или отдельных ее частей, может вызвать попадание в отгонную часть высокотемпературных колонн обводненного водяного пара, воды или какой-либо другой жидкости.

В практике эксплуатации высокотемпературных колонн при попадании в них жидкостей со значительно более низкой температурой кипения, чем рабочая температура в колонне, отмечалось несколько случаев очень тяжелых аварий, сопровождающихся пожарами и разрушениями. Сущность этого явления заключается в том, что жидкость, попадая в высоконагретую колонну, перегревается и мгновенно вскипает, образуя большое количество водяных паров. Давление в колонне повышается и может быть определено по формуле:

$$\Delta p = \frac{V_{\text{пара}}}{V_{\text{св}}} \text{ атм} \quad V_{\text{пара}} = 0,082 \frac{T_{\text{раб}}}{M} G \text{ м}^3,$$

где  $V_{\text{пара}}$  — объем паров испарившейся жидкости в  $\text{м}^3$ ;

$V_{\text{св}}$  — свободный объем колонны в  $\text{м}^3$ ;

$T_{\text{раб}}$  — температура нижней части колонны в  $^{\circ}\text{К}$ ;

$M$  — молекулярный вес испаряющейся жидкости;

$G$  — количество жидкости, попавшей в колонну, в  $\text{кг}$ .

Подобное же явление происходит и в том случае, если высоконагретый продукт пускают в колонну, на днище которой находится некоторое количество воды, оставшейся после промывки или гидравлического испытания. Вода может попасть в вакуумную колонну, если непосредственно на ней находится конденсатор смешения. О развивающихся при этом давлениях может дать представление следующий пример.

В колонну, имеющую в нижней части температуру  $375^{\circ}$ , попало из паровой линии 25 л конденсата. Определим, какое образуется давление в колонне при полном вскипании воды, если диаметр колонны 1,5 м и высота 6 м, отношение свободного объема к полному объему колонны 0,8, начальное давление 1,5 атм.

Свободный объем внутренней части колонны будет равен:

$$V_{\text{св}} = \frac{\pi D^2}{4} H \cdot 0,8 = \frac{3,14 \cdot 1,5^2}{4} 6 \cdot 0,8 = 8,5 \text{ м}^3.$$

Количество пара, образующегося при полном вскипании воды, определится по формуле:

$$V_{\text{пара}} = 0,082 \frac{T_{\text{раб}}}{M} G.$$

Подставляя известные данные, получим

$$V_{\text{пара}} = 0,082 \frac{273 + 375}{18} 25 = 75 \text{ м}^3.$$

Такое количество паров воды создаст следующее дополнительное давление в колонне:

$$\Delta p = \frac{V_{\text{пара}}}{V_{\text{св}}} = \frac{75}{8,5} = 8,8 \text{ кг/см}^2.$$

Полное давление в колонне будет равно

$$p = p_{\text{раб}} + \Delta p = 1,5 + 8,8 = 10,3 \text{ атм},$$

т. е. превысит первоначальное давление в 7 раз.

Хотя действительные условия вскипания попавшей в колонну жидкости будут несколько отличаться от условий, принятых в примере (так как вскипание жидкости не будет в полном смысле мгновенным и пары приобретут некоторую возможность уходить из колонны), тем не менее образующееся давление будет мало отличаться от вычисленного, а по своему действию, в силу динамичности, может даже превышать его.

Приведенный пример и имевшие место случаи аварий показывают, что образующиеся при этом усилия достаточны для разрушения корпуса колонны. Так, например, на одном нефтеперерабатывающем заводе в период пуска установки после профилактического ремонта произошел взрыв ректификационной колонны, в результате которого она была полностью разрушена. В момент взрыва произошло воспламенение обрабатываемого нефтепродукта и интенсивное горение его на значительной площади. Сила взрыва была настолько велика, что крышка колонны была отброшена на расстояние около 100 м, а отдельные осколки весом 50—80 кг отлетели на расстояние до 300 м. В результате взрыва были повреждены теплообменные аппараты, а также продуктовые и мазутные линии. Как показало исследование данного случая, разрыв колонны произошел в момент пуска острого водяного пара, когда колонна была прогрета до нормальной рабочей температуры. Причиной такого мощного взрыва могло быть или попадание из паровой линии значительного количества конденсата или неправильное переключение линий, в результате чего вместо пара в колонну была подана вода.

Чтобы не допустить образования давления по этой причине необходимо: полностью спускать воду из колонны после ее промывки и гидравлического испытания; перед пуском острого пара в колонну паровая линия должна продуваться от конденсата; пар подается только в разогретую до рабочей температуры колонну. Обслуживающий персонал должен знать, к каким последствиям может привести попадание воды или другой жидкости в нижнюю часть высокотемпературной ректификационной колонны, и быть очень внимательным при переключении линий.

Следовательно, паровая линия должна иметь приспособление для спуска конденсата, а также обратный клапан, чтобы горячая жидкость из колонны не могла попасть в паровую линию при снижении в ней давления или при образовании вакуума в момент конденсации водяного пара.

Для защиты колонн от разрушения при повышенных давлениях на них устанавливают предохранительные клапаны пружинного типа и манометрические. Клапаны устанавливаются преимущественно в верхней части колонны, но иногда и в средней части (если колонна большой производительности). Манометрические клапаны устанавливают на колоннах с небольшим давлением (1,1 ÷ 1,2 атм). Требуемая площадь сечения предохранительного клапана определяется по формуле, рекомендуемой Госгортехнадзором

$$G = 220 \sqrt{fp \frac{M}{T}} \text{ кг/час},$$

где  $G$  — количество стравливаемых паров в кг/час;

$f$  — площадь сечения предохранительного клапана в см<sup>2</sup>;

$p$  — давление, при котором должен сработать предохранительный клапан, в кг/см<sup>2</sup>;

$M$  — молекулярный вес паров;

$T$  — температура стравливаемых паров в °К.

Количество стравливаемых паров принимается равным производительности колонны по ректификату и флегме, т. е.

$$G = G_p(R + 1) \text{ кг/час}.$$

Так как предохранительный клапан устанавливают в верхней части колонны, то значения  $M$  и  $T$  берутся для ректификата.

Давление  $p$ , согласно правилам Госгортехнадзора, принимают равным:

$$p = 0,15 p_{\text{раб}}.$$

Подставляя указанные величины в формулу, можно найти площадь клапана  $f$ .

Чтобы при срабатывании предохранительного клапана пары горючих жидкостей не поступали в производственное помещение, необходимо иметь отводную линию, выходящую наружу выше конька кровли.

При наличии в цехе специальной линии для утилизации газов или линий общезаводского факела отводные трубы от предохранительных клапанов могут быть присоединены к ним.

По этим же соображениям воздушные линии от смотровых фонарей, отстойников и других аппаратов необходимо выводить за пределы цеха или соединять их с линией утилизационных газов.

Если централизованные системы улавливания паров отсутствуют, то на воздушных линиях от сепараторов, смотровых фонарей, мерников и напорных баков рекомендуется устанавливать ловушки в виде абсорберов или конденсаторов смешения.

Флегма, которая может быть выброшена через предохранительный клапан, отводится по дренажной линии.

Опасные внутренние напряжения в корпусе колонны и трубопроводов могут появиться в результате резких изменений темпе-



ратур в колонне и при наличии участков с разрушенной теплоизоляцией у наружных колонн.

Интенсивное охлаждение (атмосферные осадки, подача струй при пожаре) горячих поверхностей и отсутствие тепловых компенсаторов на трубопроводах также создают возможность появления неплотностей от температурных напряжений.

Во избежание температурных деформаций колонны (особенно при размещении на открытых площадках), а также горячие трубопроводы должны иметь исправную теплоизоляцию. Трубопроводы на прямоугольных участках оборудуют температурными компенсаторами.

Теплоизоляцию колонн необходимо выполнять так, чтобы она не создавала при утечках возможности образования скрытых потоков по корпусу. Если корпус колонны не имеет фланцев, то для восприятия тяжести теплоизоляции следует приваривать не прутья, а кольцевые листы во избежание сквозных потоков при утечках (см. рис. 16). Для быстрого обнаружения утечек поверхность изоляции должна быть всегда чистой. Изоляцию, пропитанную горючими жидкостями или поврежденную, следует вовремя обновлять.

Повышенные напряжения в материале колонн могут появиться от вибраций при недостаточно жестком креплении корпуса к фундаменту и слабом креплении трубопроводов. Вибрацию вызывают: потоки воздушных масс (колонны, установленные на открытом воздухе), сотрясение от работающих машин, а для трубопроводов — пульсирующее давление (подача поршневыми насосами). При вибрациях трубопроводов расстраиваются фланцевые соединения и весьма часто подвергаются повреждению места соединений трубопроводов с корпусом колонны или насоса.

Во избежание вибрации колонны устанавливают на самостоятельных фундаментах, не связанных с фундаментами других аппаратов или стен здания. Колонны, устанавливаемые на открытом воздухе, надежно крепятся к фундаментам с учетом ветровой нагрузки.

Для обслуживания колонн, т. е. для доступа к верхним ее частям, и проведения операций по пожаротушению устраивают рабочие площадки (для колонн, расположенных в производственных зданиях) или лестницы с площадками (для наружных колонн).

Значительную опасность представляют ректификационные колонны в момент остановки на ремонт и в период пуска их в эксплуатацию. Как видно из устройства колонны, внутри находится большое количество флегмы как на тарелках, так и в нижней части ее; кроме того, колонна связана с множеством подводящих и отводящих трубопроводов.

Конструктивное устройство колпачковых ректификационных колонн затрудняет освобождение их от обрабатываемого продукта при остановке на ремонт или чистку, так как при спуске жидкости на каждой тарелке остается слой флегмы, соответствующий высоте сливных патрубков. Удаление оставшейся флегмы требует длительного пропаривания и промывки водой. Значительное коли-

чество связанных с колонной коммуникаций затрудняет полное отключение ее от соседних аппаратов с наличием горючих жидкостей и их паров. Неполное освобождение колонны от продукта, неполное отключение ее от всех связанных аппаратов и недостаточная продувка водяным паром могут привести при открытии люков к образованию взрывоопасной концентрации внутри колонны.

Так, на одном из заводов ректификационная колонна была остановлена, освобождена от жидкости, продута паром в соответствии с требованиями безопасности и находилась на естественном проветривании. Примерно через сутки внутри колонны произошел взрыв, силой которого корпус был оторван от фундамента и сдвинут в сторону на 5—7 см. Это произошло потому, что дренажная линия, через которую спускаются промывные воды в канализацию, не была отключена от колонны после ее промывки. Колонна, являясь своего рода вытяжной трубой, в момент проветривания подсасывала пары нефтепродуктов из канализации, в результате чего в ней образовалась взрывоопасная концентрация.

В процессе пуска колонн в эксплуатацию неполное удаление из системы воздуха может также привести к образованию взрывоопасных концентраций.

Остановка колонны на ремонт и очистку должна производиться при соблюдении всех установленных для этого случая правил безопасности. Во избежание повышения давления сначала прекращают обогрев и подачу сырья. После того, как прекращено питание и подача орошения, отключаются все связанные с колонной аппараты, заполненные жидкостями и газами. Отключение не должно ограничиваться только перекрытием вентилей или задвижек, необходимо полностью разъединить трубы или установить заглушки между фланцами.

Освобождение колонны от горючей и легковоспламеняющейся жидкости, находящейся на тарелках, осуществляется следующим образом.

При ректификации водных растворов производится отгонка легкокипящей жидкости, при этом горючий раствор на всех тарелках заменяется водой. После этого обогрев колонны прекращается, и по остывании можно приступить к вскрытию колонны.

При ректификации безводных растворов горючих жидкостей удаление флегмы производится путем многократной промывки колонны горячей водой. Дренажная линия после слива промывной воды должна надежно отключаться от колонны.

После промывки колонна продувается водяным паром до полного удаления горючих веществ. Для этого каждая колонна имеет линии для подачи водяного пара во внутренний ее объем. Окончание продувки определяется путем анализа отходящего пара на присутствие горючих веществ. Открытие люков производится «под паром». Открывать люки следует по порядку сверху вниз. К ремонтным работам и чистке приступают только после дополнитель-



ного анализа воздуха внутри колонны на содержание в нем опасных паров и газов.

Перед пуском установки в эксплуатацию внутренний объем колонны и связанных с ней аппаратов продувают от находящегося в них воздуха.

Корпус колонны проверяют на прочность и герметичность при испытательном давлении, в 1,5 раза превышающем рабочее. Во избежание появления температурных деформаций, охлаждение при остановке и прогрев колонны при пуске производятся медленно.

### ВОЗМОЖНЫЕ ИСТОЧНИКИ ВОСПЛАМЕНЕНИЯ

В процессе эксплуатации колонн и при ремонтных работах воспламенение горючих смесей может произойти не только от открытого огня форсунок промышленных печей, электросварочных работ, но и от самовозгорания пирофорных соединений, разрядов статического и атмосферного электричества, самовоспламенения нагретого до высокой температуры продукта и остатков, от искр при ударах, от неисправности переносного электрического оборудования и т. д.

Так, например, при разгонке жидкостей, способных к полимеризации, возможны отложения на стенках колонн и трубопроводов склонных к самовозгоранию термополимеров; при разгонке растворов, имеющих в своем составе серу, сероводород или другие сернистые соединения, возможно наличие в колонне сернистых соединений железа.

При остановке колонны нередко случаи самовозгорания отложений на стенках ректификационных колонн, разделяющих сернистые нефти, нефтепродукты и каменноугольные смолы, а также самовозгорания остатков и зачистной массы, сложенной около колонн.

Были случаи, когда внутренняя поверхность колонны, остановленной на чистку, оказывалась раскаленной докрасна от самовозгоревшихся отложений.

Наличие самовозгорающихся отложений приводит иногда к вспышкам и даже взрывам. Так, например, на одном из заводов установка термического крекинга была остановлена на планово-предупредительный ремонт. Ректификационную колонну освободили от продукта, продули водяным паром и после положительного анализа среды открыли люки. Через некоторое время у нижнего люка колонны было замечено горение кокса. Для ликвидации горения в колонну подали водяной пар, а затем, не прекращая подачи пара, дали распыленную воду. Горение с поверхности прекратилось, после чего перестали подавать воду, а затем и пар. Через некоторое время после прекращения подачи пара в колонне произошел взрыв. При изучении причин этого явления оказалось, что некоторые линии не были отключены от колонны заглушками и колонна не промыта водой. От теплоты самовозгоревшихся ве-

шеств продукты испарения и разложения жидких и смолистых остатков образовали с воздухом взрывоопасную смесь, которая воспламенилась от раскаленных частичек кокса.

Чтобы избежать возникновения пожаров, всякого рода ремонтные и огневые работы в ректификационных цехах и на открытых участках следует проводить только после тщательной подготовки аппаратов, помещений и территории и после исследования воздуха на отсутствие опасного количества газов и паров. Анализ воздуха производят переносными газоанализаторами или в лаборатории.

Чистку колонн производят осторожно неискрящими инструментами. Если в колонне предполагается наличие отложений, способных к самовозгоранию на воздухе, то чистку следует вести при постоянном смачивании поверхности водой. Зачистки необходимо складывать в металлическую посуду и удалять из помещения или с территории установки. После окончания ремонтных или очистных работ при сборе колонны необходимо следить за качеством прокладочных материалов.

Электрооборудование помещений ректификации, где ректификат представляет собой легковоспламеняющуюся жидкость, должно соответствовать классу В-1А, а на открытых установках — классу В-1Г. Корпусы колонн и все трубопроводы тщательно заземляются для защиты от разрядов статического электричества и вторичного проявления атмосферного электричества.

#### РАЗМЕЩЕНИЕ УСТАНОВОК

Помещения, в которых размещены ректификационные установки, по пожарной опасности относятся к категории производств А или Б в зависимости от величины температуры вспышки легкокипящей жидкости. Например, помещения колонн для разделения раствора сырого бензола в соляровом масле будут относиться к категории А (по бензолу), так как температура вспышки сырого бензола равна 5°, а температура вспышки солярового масла более 125°.

Строительные конструкции ректификационных цехов должны иметь I или II степень огнестойкости. Планировка и санитарно-техническое оборудование должны удовлетворять требованиям Н 102-54, предъявляемым к категории производств А или Б.

Разрыв между отдельными аппаратами ректификационных установок, располагаемых на открытом воздухе, можно определять согласно табл. 5 «Противопожарно-технических условий строительного проектирования предприятий нефтегазоперерабатывающей промышленности» (ПТУСП МНП 02-55) или согласно раздела II «Противопожарных норм и технических условий строительного проектирования заводов синтетического каучука и синтетического спирта» (Госхимиздат, 1950 г.).

Для быстрой локализации и ликвидации возможных пожаров ректификационные установки должны иметь достаточное количество средств пожаротушения.

Размещение аппаратов ректификационных установок на открытых площадках требует устройства этажерок, представляющих собой пространственный каркас с площадками для обслуживания и лестничными маршами. Лучше всего каркас этажерок устраивать из сборных железобетонных конструкций с тщательной заделкой мест стыков. При наличии металлического каркаса, который, как известно, слабо сопротивляется воздействию теплоты при пожаре, нижняя его часть на высоту не менее 4 м, включая площадку первого этажа, должна быть обетонирована или защищена теплоизоляцией так, чтобы предел огнестойкости был не менее 2 часов. В некоторых случаях этажерки размещают над зданиями насосных станций или других помещений. В этом случае покрытие не должно разрушаться при возможном взрыве в здании, а также должно быть непроницаемо для разделяемых жидкостей. Над крышами насосных станций допускается устанавливать аппараты и емкости объемом не более 25 м<sup>3</sup> для легковоспламеняющихся и горючих жидкостей и 10 м<sup>3</sup> для сжиженного газа обязательно с регуляторами уровня и с гарантированным заполнением тех и других не более чем на 50%. На кровле здания с трех сторон устраивают бортики высотой 15 см с уклоном в сторону глухой стены.

Из емкостей и аппаратов обеспечивается слив жидкостей в аварийные емкости или опорожнение их насосами в другие емкости. Здания при наличии на перекрытии емкостей и этажерок следует располагать с подветренной стороны по отношению к установкам и аппаратам с источниками открытого огня на расстоянии не менее 40 м от них.

### СРЕДСТВА ПОЖАРОТУШЕНИЯ

Высокотемпературные ректификационные колонны, располагаемые на открытом воздухе, целесообразно оборудовать полустационарными паротушительными установками (рис. 23). Обычно эта паротушительная установка представляет собой вертикальные стояки 1 со штуцерами 3 на каждой промежуточной площадке 4 и иногда с отводами к люкам 2.

Шланги с резиновым стволом для присоединения к полугайкам штуцеров хранятся на каждой площадке или внизу колонны.

Расположение площадок и длина шлангов выбираются такими, чтобы имелась возможность подать пар к любой точке поверхности колонны. Выбор первичных средств пожаротушения для

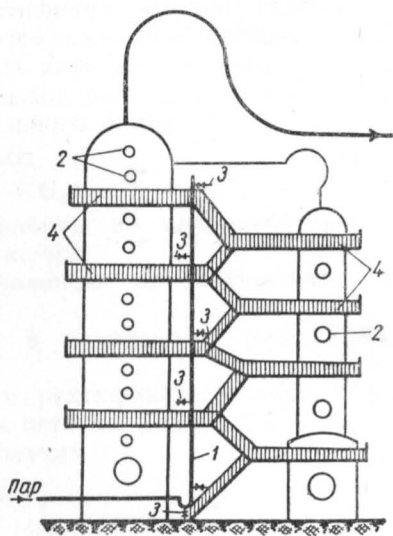


Рис. 23. Схема паротушения колонн

1 — паровой стояк; 2 — люки; 3 — штуцеры с полугайками; 4 — площадки

ректификационных установок производится, исходя из свойств перерабатываемого раствора. Количество первичных средств определяется по площади производственного помещения или количества колонн на открытых площадках. При этом для ориентировки можно пользоваться «Нормами первичных средств пожаротушения», разработанными б. ГУПО (§ 17, раздел I и § 10—12 раздел II), изд. МКХ РСФСР, 1950 г.

При возникновении на установке пожара одновременно с действиями по тушению принимают меры к снижению внутреннего давления в аппаратах, подают водяной пар внутрь колонны и охлаждают соседние аппараты от нагревания.

---

#### IV. ПРИМЕР РАСЧЕТА РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ

Определить число тарелок в ректификационной колонне для разделения раствора ацетон—вода, найти ее основные размеры и определить, насколько может увеличиться давление, если прекратится подача воды на конденсацию паров. Производительность установки по начальной смеси 2800 кг/час, в составе начальной смеси находится 30% ацетона, ректификат должен содержать 97% ацетона, а остаток — 0,2%. Рабочее давление в колонне 1,5 ата. Обогрев низа колонны осуществляется паровым змеевиком.

**Решение.** 1. Определяем весовой выход ректификата и остатка, решая совместно уравнения материального баланса:

$$G_{н.с} = G_p + G_o,$$

$$G_{н.с} a_{н.с} = G_p a_p + G_o a_o,$$

где  $G_{н.с}$  — производительность колонны по начальной смеси, в нашем случае 2800 кг/час;

$G_p, G_o$  — производительность колонны по ректификату и остатку в кг/час;

$a_{н.с}$  — содержание ацетона в начальной смеси, равное 30%;

$a_p$  — содержание ацетона в ректификате, равное 97%;

$a_o$  — содержание ацетона в остатке, равное 0,2%.

Подставляя указанные данные, получим

$$2800 = G_p + G_o,$$

$$2800 \cdot 0,3 = G_p \cdot 0,97 + G_o \cdot 0,002,$$

$$\text{или } G_p = \frac{840 - 5,6}{0,68} = 860 \text{ кг/час.}$$

Тогда  $G_o = 2800 - 860 = 1940$  кг/час.

2. Определяем молекулярную концентрацию легкокипящего компонента в начальной смеси, ректификате и остатке:

а) начальная смесь

$$x_{н.с} = \frac{\frac{a_{н.с}}{M_a}}{\frac{a_{н.с}}{M_a} + \frac{b_{н.с}}{M_b}} = \frac{\frac{30}{58}}{\frac{30}{58} + \frac{70}{18}} = 0,12 \text{ доли моля;}$$

б) ректификат

$$x_p = \frac{\frac{a_p}{M_a}}{\frac{a_p}{M_a} + \frac{b_p}{M_b}} = \frac{\frac{97}{58}}{\frac{97}{58} + \frac{3}{18}} = 0,91 \text{ доли моля};$$

в) остаток

$$x_0 = \frac{\frac{a_0}{M_a}}{\frac{a_0}{M_a} + \frac{b_0}{M_b}} = \frac{\frac{0,2}{58}}{\frac{0,2}{58} + \frac{99,8}{18}} = 0,001 \text{ доли моля}.$$

3. Находим координаты точек  $x_a$  и  $y_a$  для построения кривой равновесия смеси «ацетон — вода».

Температура кипения ацетона —  $56^\circ$ , воды —  $100^\circ$ . По имеющимся таблицам (см. Приложение) находим величину давления паров ацетона и воды через каждые  $5^\circ$  между указанными температурами кипения. Температуру и соответствующие ей давления паров записываем в таблицу. В эту же таблицу вносим результаты вычисленной величины молекулярной концентрации  $x_a$  и  $y_a$  для каждой точки.

Точка	Температура кипения в $^\circ\text{C}$	Давление паров чистых жидкостей в мм рт. ст.		$x_a = \frac{P_{\text{общ}} - P_b}{P_a - P_b}$ доли моля	$p_a = x_a P_a$ мм рт. ст.	$y_a = \frac{p_a}{P_{\text{общ}}}$ доли моля
		$P_a$ ацетон	$P_b$ вода			
1	56	760	Нет	1	760	1
2	60	860,9	149,4	0,86	740	0,98
3	65	1025,44	187,5	0,69	705	0,93
4	70	1189,9	233,7	0,55	655	0,86
5	75	1400,5	289,1	0,43	595	0,78
6	80	1611,05	355,1	0,32	520	0,68
7	85	1875,93	433,6	0,23	425	0,56
8	90	2140,82	525,0	0,15	312	0,41
9	95	2468,51	633,9	0,07	170	0,22
10	100	нет	760	0	0	0

Вычисление  $x_a$  и  $y_a$  производилось следующим образом. Например, для точки 4 давление насыщенных паров при температуре  $70^\circ$  равно: для ацетона  $P_a = 1189,9$  мм рт. ст., для воды — 233,7 мм рт. ст.

Следовательно:

$$x_a = \frac{P_{\text{общ}} - P_b}{P_a - P_b} = \frac{760 - 233,7}{1189,9 - 233,7} = 0,55 \text{ долей моля}.$$



Парциальное давление паров ацетона над раствором по закону Рауля равно:

$$p_a = x_a P_a = 0,55 \cdot 1189,9 = 655 \text{ мм рт. ст.},$$

тогда

$$y_a = \frac{655}{760} = 0,86 \text{ доли моля.}$$

По найденным координатам точек 1, 2... 10 строим в определенном масштабе кривую равновесия (рис. 24), проводим диагональ и ординаты  $x_p$ ,  $x_{н.с}$  и  $x_0$ .

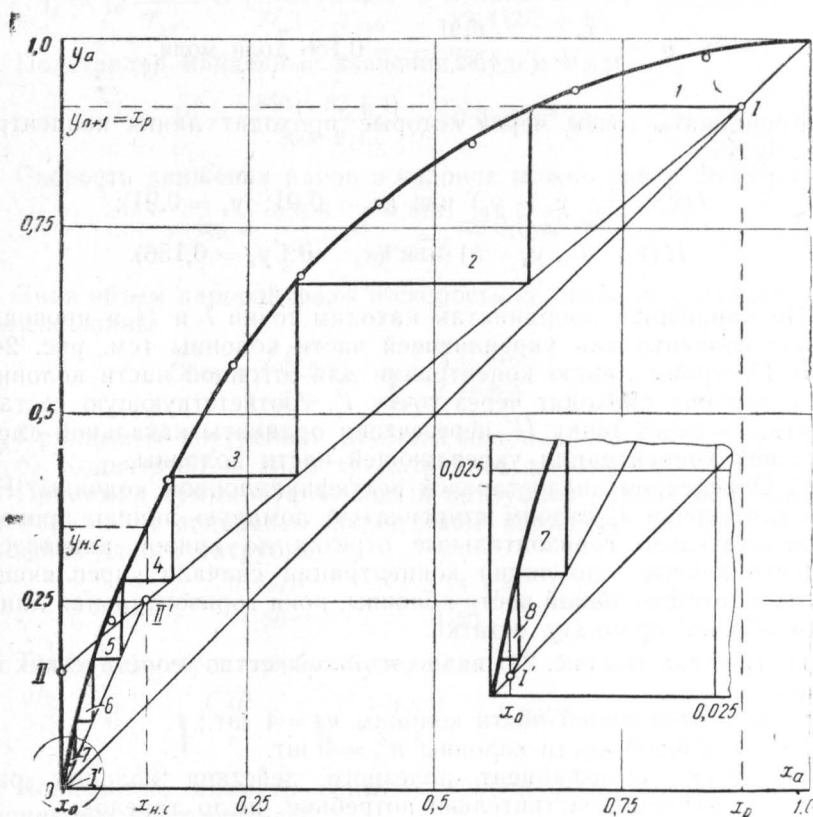


Рис. 24. График определения числа теоретических тарелок при разгонке смеси ацетон — вода

4. Находим координаты точек для построения линии концентрации укрепляющей части колонны.

Уравнение линии концентрации:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{x_p}{R+1}$$

где  $R$  — оптимальное флегмовое число.

Принимаем, что  $R = 2R_{\text{мин}}$ ; по кривой равновесия (рис. 24) находим, что  $y_{н.с} = 0,35$  доли моля при  $x_{н.с} = 0,12$ .

Тогда

$$R_{\text{мин}} = \frac{x_p - y_{н.с}}{y_{н.с} - x_{н.с}} = \frac{0,91 - 0,35}{0,35 - 0,12} = 2,41.$$

Следовательно,  $R = 2 \cdot 2,41 = 4,82$ .

Отрезок, который отсекает линия концентрации на оси ординат, равен

$$b = \frac{x_p}{R + 1} = \frac{0,91}{4,82 + 1} = 0,156 \text{ доли моля.}$$

Координаты точек, через которые проходит линия концентрации, будут:

$$I(x_a = x_p; y_a = y_p) \text{ или } (x_a = 0,91; y_a = 0,91);$$

$$II(x_a = 0; y_a = b) \text{ или } (x_a = 0; y_a = 0,156).$$

По найденным координатам находим точки  $I$  и  $II$  и проводим линию концентрации укрепляющей части колонны (см. рис. 24).

5. Построим линию концентрации для отгонной части колонны, зная, что она проходит через точку  $I'$ , соответствующую составу остатка, и через точку  $II'$  пересечения ординаты начальной смеси с линией концентрации укрепляющей части колонны.

6. Определяем число тарелок ректификационной колонны. Начиная от точки  $I$ , строим ступенчатую ломаную линию, проводя последовательно горизонтальные отрезки до кривой равновесия и вертикальные — до линии концентрации сначала укрепляющей части, а затем отгонной части колонны, пока горизонтальная линия не пересечет ординату остатка.

Из графика (на рис. 24) видно, что количество теоретических тарелок:

а) в укрепляющей части колонны  $n_t = 4$  шт.;

б) в отгонной части колонны  $n'_t = 4$  шт.

Принимая коэффициент полезного действия колонны равным 0,5, найдем действительно потребное число тарелок:

а) для укрепляющей части колонны  $n_{\text{укр}} = \frac{4}{0,5} = 8$  шт.;

б) для отгонной части колонны  $n_{\text{отг}} = \frac{4}{0,5} = 8$  шт.

Общее число тарелок в колонне 16 шт. Начальная смесь должна подаваться в колонну между 8 и 9 тарелками.

7. Определяем основные размеры ректификационной колонны.

а) Диаметр колонны  $D$ .

Находим количество пара, движущегося по колонне в верхней части

$$V_0 = \frac{G_p (R + 1)}{3600 \gamma_t} \text{ м}^3/\text{сек},$$

где  $G_p$  — производительность колонны по ректификату, равная 860 кг/час;

$R$  — флегмовое число, в нашем случае 4,82;

$\gamma_t$  — объемный вес паров ацетона при температуре его кипения

$$\gamma_t = \gamma_0 \frac{T_0}{T_{\text{раб}}} = \frac{M}{22,4} \cdot \frac{T_0}{T_{\text{раб}}} = \frac{58 \cdot 273}{22,4 (273 + 56)} = 2,15 \text{ кг/м}^3.$$

Подставляя найденные значения, будем иметь

$$V_{\text{п}} = \frac{860 (4,82 + 1)}{3600 \cdot 2,15} = 0,646 \text{ м}^3/\text{сек}.$$

Скорость движения паров в колонне можно найти по формуле:

$$\omega_{\text{п}} = \frac{0,818}{V \gamma_t} = \frac{0,818}{V \cdot 2,15} \approx 0,5 \text{ м/сек}.$$

Зная объем паровой фазы и скорость ее движения, найдем диаметр колонны

$$D = \sqrt{\frac{4V_{\text{п}}}{\pi \omega_{\text{п}}}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,646}{3,14 \cdot 0,5}} = 1,36 \text{ м}.$$

Принимаем внутренний диаметр колонны  $D = 1,4 \text{ м}$ .

б) Количество и диаметр патрубков на тарелке.

Принимая суммарную площадь патрубков равной 20% площади тарелки и задаваясь количеством колпачков 50 шт., найдем площадь одного патрубка

$$f = \frac{0,2\pi D^2}{4 \cdot 50} = \frac{0,2 \cdot 3,14 \cdot 1,4^2}{4 \cdot 50} = 0,006 \text{ м}^2.$$

Тогда диаметр патрубка будет равен

$$d = \sqrt{\frac{4f}{\pi}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,006}{3,14}} = 0,0875 \text{ м, или } 3,5''.$$

Количество, диаметр сливных трубок и размеры колпачков принимаем конструктивно.

в) Высота колонны:

$$H_{\text{общ}} = h_{\text{н}} + h_{\text{отг}} + h_{\text{эв}} + h_{\text{рект}} + h_{\text{в}}.$$

Высоту нижней части колонны  $h_{\text{н}}$ , где размещается подогреватель, принимаем равной 1,2 м; высоту верхней части колонны над первой тарелкой  $h_{\text{в}}$  принимаем равной 0,8 м. Расстояние между тарелками принимаем численно равным скорости движения пара, т. е.  $l = 0,5 \text{ м}$ . Число тарелок в отгонной части колонны  $h_{\text{отг}} = 8$ , в ректификационной части  $n_{\text{рект}} = 8$  шт.

Тогда:

$$H_{\text{общ}} = 1,2 + (8 - 1) \cdot 0,5 + 1 \cdot 0,5 + (8 - 1) \cdot 0,5 + 0,8 = 9,5 \text{ м.}$$

г) Толщина стенки колонны. Корпус колонны из Ст. 3. Толщину стенки колонны определяем по формуле:

$$\delta = \frac{pD}{230[\sigma_p] - p} \cdot \frac{1}{\varphi} + C$$

где  $p$  — максимальное рабочее давление. Так как колонна защищается предохранительными клапанами, то согласно правилам Госгортехнадзора давление, при котором они срабатывают, т. е. максимальное давление, в колонне будет равно  $1,25 p_{\text{раб}}$ .

В нашем случае  $p = 1,25 \cdot 1,5 = 1,875 = 1,9 \text{ кг/см}^2$ ;

$[\sigma_p]$  — допускаемое напряжение Ст. 3 на разрыв, равное  $\frac{\sigma_p}{n}$ .

Для Ст. 3  $\sigma_p = 36 \text{ кг/мм}^2$ . Коэффициент запаса прочности принимаем  $n = 4$ . Тогда  $[\sigma_p] = 9 \text{ кг/мм}^2$ ;

$\varphi$  — коэффициент прочности сварного шва, принимаем 0,8;

$C$  — запас на коррозию, для некоррозирующей среды принимаем 1 мм;

$D$  — диаметр колонны, в нашем случае 1400 мм.

Подставляя эти значения в формулу, будем иметь

$$\delta = \frac{1,9 \cdot 1400}{(230 \cdot 9 - 1,9)} \cdot \frac{1}{0,8} + 1,0 = 1,62 + 1 = 2,62 \text{ мм.}$$

Принимаем толщину стенки колонны 3 мм.

д) Диаметры шлемовой трубы и жидкостных линий.

По шлемовой трубе проходит весь объем пара колонны, т. е.  $V_n = 0,646 \text{ м}^3/\text{сек}$ . Скорость движения пара в шлемовой трубе принимаем  $w_n = 16 \text{ м/сек}$ .

Тогда диаметр шлемовой трубы будет равен:

$$d_{\text{ш.т}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,646}{3,14 \cdot 16}} = 0,23 \text{ м.}$$

Принимаем ближайшую по ГОСТ трубу с наружным диаметром 250 мм и толщиной стенки 3 мм.

Диаметр линии, подводящей флегму в колонну:

$$d_{\text{ф}} = \sqrt{\frac{4V_{\text{ф}}}{\pi w_{\text{ф}}}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,00144}{3,14 \cdot 2,0}} = 0,03 \text{ м.}$$

Принимаем (по ГОСТ 301-44) бесшовную стальную трубу наружным диаметром 35 мм и толщиной стенки 2,5 мм.

$V_{\text{ф}}$  — объем флегмы, подаваемой на орошение колонны в  $\text{м}^3/\text{сек}$ .

Так как на орошение подается почти чистый ацетон и флегмовое число равно 4,82, то объем флегмы будет равен:

$$V_{\text{ф}} = \frac{G_o R}{\gamma_{\text{ф}} 3600} = \frac{860 \cdot 4,82}{800 \cdot 3600} = 0,00144 \text{ м}^3/\text{сек.}$$

$w_\phi$  — скорость движения жидкости по трубе, принимаем 2 м/сек.

Диаметр линии, отводящей остаток (воду) из колонны:

$$d_0 = \sqrt{\frac{4V_0}{\pi w_\phi}} = \sqrt{\frac{4G_0}{\gamma_0 \pi w_\phi}} = \sqrt{\frac{1940 \cdot 4}{1000 \cdot 3,14 \cdot 2,0 \cdot 3600}} = 0,02 \text{ м.}$$

Принимаем (по ГОСТ 301-44) бесшовную стальную трубу наружным диаметром 24 мм и толщиной стенки 2 мм.

Диаметр линии для начальной смеси:

$$d = \sqrt{\frac{4V_{н.с}}{\pi w_\phi}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,00083}{3,14 \cdot 2,0}} = 0,023 \text{ м.}$$

Объем начальной смеси

$$V_{н.с} = \frac{G_{н.с}}{3600 \gamma_{н.с}} = \frac{2800}{940 \cdot 3600} = 0,00083 \text{ м}^3/\text{сек.}$$

Объемный вес начальной смеси найдем, зная ее состав (30% ацетона и 70% воды)

$$\gamma_{н.с} = 0,3 \gamma_p + 0,7 \gamma_0 = 0,3 \cdot 800 + 0,7 \cdot 1000 = 940 \text{ кг/м}^3.$$

Принимаем бесшовную стальную трубу наружным диаметром 26 мм и толщиной стенок 2 мм.

При необходимости может быть определена также толщина теплоизоляции колонны, диаметр сечения предохранительного клапана для срабатывания избыточного давления и диаметр отверстия огнепреградителя для защиты дыхательных труб мерников и других емкостей с легковоспламеняющимися жидкостями.

## V. ЭЛЕМЕНТЫ РАСЧЕТА АДСОРБЦИОННЫХ УСТАНОВОК

К сорбционным процессам относятся процессы абсорбции и адсорбции. Сущность этих процессов, устройство и работа сорбционных установок, их пожарная опасность и противопожарные мероприятия изложены в учебном пособии М. В. Алексеева и В. М. Смирнова «Пожарная профилактика в технологических процессах, связанных с обращением горючих и легковоспламеняющихся жидкостей».

В настоящем разделе в дополнение к материалу указанного пособия приводится краткое изложение методики расчета адсорбционных процессов\*.

### ЭЛЕМЕНТЫ РАСЧЕТА АДСОРБЕРОВ

В расчетах обычно задаются временем адсорбции и вычисляют соответственно этому загрузку адсорбента в аппарат.

Обозначим:

$G_{\text{сут}}$  — количество поглощаемого газа или пара в кг/сутки;

$G_0$  — количество поглощаемого газа или пара в одном аппарате за одну операцию;

$b$  — количество операций адсорбции в одном аппарате в течение суток;

$a$  — количество операций, которые могут быть проведены в течение суток всей установкой;

$\tau$  — продолжительность одной операции в часах;

$m$  — потребное число аппаратов;

$G_{\text{уг}}$  — загрузка адсорбента в аппарате в кг;

$x$  — динамическая активность адсорбента в кг газа на 1 кг адсорбента;

$\tau'$  — продолжительность адсорбции в одном аппарате.

1. Количество газа, поглощаемое за одну операцию, может быть найдено

$$G_0 = \frac{G_{\text{сут}}}{24} \tau' \text{ кг.}$$

\* Метод расчета заимствован у А. Г. Касаткина «Основные процессы и аппараты химической технологии». Госхимиздат, 1941.



2. Соответственно этому загрузка адсорбента будет

$$G_{\text{уг}} = \frac{G_0}{x} \text{ кг.}$$

3. Количество операций адсорбции, проводимое всей установкой в течение суток,

$$a = \frac{G_{\text{сут}}}{G_0}.$$

4. Количество операций адсорбции, которое проводится в одном адсорбере в сутки,

$$b = \frac{24}{\tau}.$$

5. Потребное число адсорберов,

$$m = \frac{a}{b} \text{ шт.}$$

6. Основные размеры адсорбера, схема которого показана на рис. 25:

а) Диаметр цилиндрической части.

Объем угля в адсорбере

$$V_{\text{уг}} = \frac{G_{\text{уг}}}{\gamma_{\text{уг}}} \text{ м}^3.$$

Насыпной вес активированного угля

$$\gamma_{\text{уг}} = 200 \div 600 \text{ кг/м}^3.$$

Высота слоя угля в адсорбере принимается

$$h_{\text{уг}} = 0.6 \div 1.5 \text{ м.}$$

Тогда

$$\frac{\pi D^2}{4} h_{\text{уг}} = V_{\text{уг}} \quad \text{или} \quad D =$$

$$= \sqrt{\frac{4V_{\text{уг}}}{\pi h_{\text{уг}}}} = \sqrt{\frac{4G_{\text{уг}}}{\pi \gamma_{\text{уг}} h_{\text{уг}}}} \text{ м.}$$

б) Высота адсорбера

$$H = h_{\text{ц.ч}} + h_{\text{низ}} + h_{\text{верх}}.$$

Высота конического днища  $h_{\text{низ}}$  и верха  $h_{\text{верх}}$  принимается конструктивно.

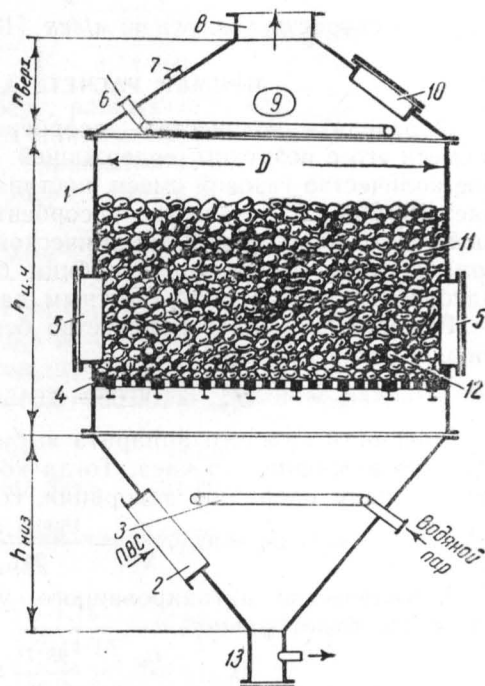


Рис. 25. Схема вертикального адсорбера

1 — корпус; 2 — штуцер для ввода ПВС; 3 — труба для подачи водяного пара; 4 — решетка; 5 — люки; 6 — ввод воды для тушения угля; 7 — штуцер для предохранительного клапана; 8 — отвод воздуха; 9 — отвод паров растворителя и водяного пара; 10 — загрузочный люк; 11 — активированный уголь; 12 — гнезда для термометра; 13 — сборник конденсата;  $D$  — диаметр адсорбера;  $h_{\text{ц.ч}}$  — высота цилиндрической части адсорбера;  $h_{\text{низ}}$  — высота конического днища адсорбера;  $h_{\text{верх}}$  — высота конической верхней части адсорбера

в) Диаметры линий ПВС и воздуха.  
Количество отсасываемого воздуха

$$V_B = \frac{G_{\text{сут}}}{24 \cdot C \cdot 3600} \text{ м}^3/\text{сек},$$

где  $C$  — концентрация паров в воздухе (1,5 ÷ 3 раза меньше НПВ паров);  
тогда диаметр линии:

$$d = \sqrt{\frac{4V_B}{\pi \omega}}.$$

где  $\omega$  — скорость воздуха в м/сек (12—20 м/сек).

### ПРИМЕР РАСЧЕТА АДСОРБЕРОВ

Определить количество адсорберов для поглощения бензола в смеси его с воздухом, содержащей 1,5% бензола по весу. Суточное количество газовой смеси, поступающей на адсорбцию, составляет 100 000 кг. В качестве адсорбента применяется активированный уголь, обладающий динамической активностью  $x=0,08$  кг бензола/кг угля. Скорость десорбции бензола при толщине слоя адсорбента 1 ÷ 1,5 м по опытным данным 2 часа.

**Решение.** 1. Общее количество бензола, подлежащее поглощению, в сутки составит:

$$G_{\text{сут}} = 100\,000 \cdot 0,015 = 1\,500 \text{ кг}.$$

Мощность каждого аппарата выбираем такой, чтобы он поглощал газ в течение 1,5 часа. Тогда количество бензола, поглощаемое за одну операцию адсорбции, составит

$$G_0 = G_{\text{сут}} \frac{\tau'}{24} = \frac{1500 \cdot 1,5}{24} \approx 93,7 \text{ кг}.$$

2. Количество активированного угля, загружаемого в один адсорбер, будет равно:

$$G_{\text{уг}} = \frac{G_0}{x} = \frac{93,7}{0,08} = 1170 \text{ кг}$$

где  $x$  — динамическая активность угля, равная по заданию 0,08 кг/кг.

3. Число операций адсорбции, которое необходимо провести на всей установке за сутки

$$a = \frac{G_{\text{сут}}}{G_0} = \frac{1500}{93,7} \approx 16.$$

4. Режим работы адсорбера складывается из следующих составляющих: адсорбция — 1,5 часа, десорбция — 2 часа, продувка воздухом — 1,5 часа. Всего — 5 часов.

Следовательно, число операций адсорбции, которое будет проведено в одном аппарате в течение суток, составит:

$$b = \frac{24}{\tau} = \frac{24}{5} = 4,8.$$

5. Потребное число адсорберов будет равно

$$m = \frac{a}{b} = \frac{16}{4,8} = 3,34 \text{ шт.}$$

Устанавливается 4 адсорбера, что обеспечивает запас мощности установки на:

$$\frac{4 - 3,34}{3,34} = 0,2, \text{ или } 20\%.$$

6. Основные размеры адсорбера (см. рис. 25)

а) Диаметр цилиндрической части адсорбера:

$$D = \sqrt{\frac{4G_{\text{уг}}}{\pi \gamma_{\text{уг}} h_{\text{уг}}}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 1170}{3,14 \cdot 400 \cdot 1}} = 1,93 \text{ м.}$$

где  $G_{\text{уг}}$  — вес угля в адсорбере, равный 1170 кг;

$\gamma_{\text{уг}}$  — объемный вес угля, принимаем 400 кг/м<sup>3</sup>;

$h_{\text{уг}}$  — высота слоя угля, принимаем 1 м.

Принимаем диаметр адсорбера равным 2 м.

б) Высота адсорбера:

$$H = h_{\text{ц. ч}} + h_{\text{низа}} + h_{\text{верха}} = 1,5 + 1,0 + 0,6 = 3,1 \text{ м.}$$

Принимаем:

$$h_{\text{низа}} = 1 \text{ м; } h_{\text{верха}} = 0,6 \text{ м;}$$

$$h_{\text{ц. ч}} = h_{\text{уг}} + 0,5 \text{ м} = 1 + 0,5 = 1,5 \text{ м.}$$

в) Диаметр линии паровоздушной смеси и воздуха.

Концентрация паровоздушной смеси по заданию равна 1,5%.

Следовательно:

$$V_{\text{в}} = \frac{G_{\text{сут}}}{24 \cdot C \cdot 3600} = \frac{1500}{24 \cdot 0,015 \cdot 3600} = \frac{100\,000}{24 \cdot 3600} = 1,16 \text{ кг/сек.}$$

Принимая скорость движения паровоздушной смеси в трубах 18 м/сек, найдем диаметр линии

$$d = \sqrt{\frac{4V_{\text{в}}}{\pi w}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 1,16}{1,3 \cdot 14 \cdot 18}} = 0,288 \text{ м} \approx 0,3 \text{ м.}$$

Толщина стенки адсорбера и толщина теплоизоляционного слоя определяются по формулам, приведенным в расчете ректификационной колонны.

## Давление паров некоторых жидкостей в мм рт. ст.

Температура в °C	Спирт $C_2H_5OH$ $M = 46$	Эфир $(C_2H_5)_2O$ $M = 74$	Ацетон $(CH_3)_2CO$ $M = 58$	Муравьиная кислота $HCOOH$ $M = 46$	Уксусная кислота $CH_3COOH$ $M = 60$	Бензол $C_6H_6$ $M = 78,04$	Метиловый спирт $CH_3OH$ $M = 32$
0	12,70	184,39	63,33	12,0	—	25,31	26,82
10	24,23	286,83	110,32	18,4	5	45,25	50,18
20	44,46	432,78	180,08	31,4	11	75,65	88,67
30	78,52	634,80	280,05	51,6	19	120,24	149,90
40	133,69	907,04	419,35	82,3	30	183,62	260,50
50	219,90	1264,80	608,81	127,2	53	271,37	381,68
60	350,24	1725,01	860,96	191,3	87	390,10	679,93
70	511,15	2304,90	1189,90	280,0	131	547,42	857,16
80	812,91	3022,79	1611,05	399,8	195	751,86	1238,47
90	1189,30	3898,26	2140,82	558	285	1012,75	1741,67
100	1697,55	4953,30	2796,20	762	405	1340,0	2405,15
110	—	—	—	—	566	1744	—
120	—	—	—	—	770	2235	—
130	—	—	—	—	—	2824	—

Температура в °C	Толуол $C_6H_5CH_3$ $M = 92$	Серовуглерод $C_2$ $M = 76,1$	Хлорбензол $C_6H_5Cl$ $M = 112,5$
0	7,2	127,91	2,52
10	13,0	198,46	4,86
20	22,5	298,03	8,76
30	37,4	434,62	15,45
40	59,9	617,53	26,00
50	92,8	857,07	41,98
60	139,5	1164,51	65,5
70	204,1	1552,09	94,9
80	291,6	2032,55	144,75
90	407,5	2619,08	208,3
100	558,3	3325,15	292,7
110	751,0	—	403,7
120	—	—	543
130	—	—	720

## ЛИТЕРАТУРА

Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. Госхимиздат, 1956.

Рабинович Г. Г. и Адельсон С. В. Процессы и аппараты в нефтеперерабатывающей промышленности. Гостоптехиздат, 1949.

Алексеев М. В. и Смирнов В. М. Пожарная профилактика в технологических процессах, связанных с обращением горючих и легковоспламеняющихся жидкостей. Изд. МҚХ РСФСР, 1955.

Ройзен И. С. Техника безопасности и противопожарная техника в химической промышленности. Госхимиздат, 1951.

Карпов П. П. Переработка нефти. Гостоптехиздат, 1953.

Алексеев М. В. Причины образования горючей среды в производствах с огнеопасными жидкостями и газами. Изд. ВШ МВД РСФСР, 1961 г.

Соловьев Н. В. и др. Основы техники безопасности и противопожарной техники в химической промышленности. Госхимиздат, 1960.

Машины и аппараты химических производств — под редакцией Чернобыльского Н. Н. Машгиз, 1959.

Алексеев М. В. Ограничение возможности распространения пожара на производственных установках. Изд. ВШ МВД РСФСР, 1961.

---

## ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
<b>I. Сущность ректификации. Ректификационные установки</b>	
Основные сведения о растворах жидкостей . . . . .	3
Основные сведения о перегонке растворов . . . . .	5
Схема работы ректификационной колонны . . . . .	7
Основные части ректификационных колонн и их назначение . . . . .	10
Устройство тарелок колонн . . . . .	12
Технологическая схема ректификационной установки . . . . .	14
Перегонка многокомпонентных смесей . . . . .	16
Специальные методы перегонки . . . . .	17
<b>II. Элементы расчета ректификационных установок</b>	20
Выход ректификата и остатка . . . . .	20
Число тарелок ректификационной колонны . . . . .	21
Основные размеры ректификационных колонн . . . . .	26
<b>III. Причины пожаров на ректификационных установках и их предупреждение</b>	30
Общая характеристика пожарной опасности процессов ректификации . . . . .	30
Причины образования горючей среды . . . . .	33
Возможные источники воспламенения . . . . .	43
Размещение установок . . . . .	44
Средства пожаротушения . . . . .	45
<b>IV. Пример расчета ректификационной колонны</b>	47
<b>V. Элементы расчета адсорбционных установок</b>	54
Элементы расчета адсорберов . . . . .	54
Пример расчета адсорберов . . . . .	56
Приложение : . . . . .	58
Литература . . . . .	59

Михаил Васильевич **Алексеев**  
ПРОЦЕССЫ РЕКТИФИКАЦИИ

Редактор <b>В. П. Перевалюк</b> Сдано в набор 28/V 1962 г. Формат бумаги 60×92 <sup>1</sup> / <sub>16</sub> . Л 56134	Корректор <b>И. Н. Решетникова</b> Подп. к печати 30/VII 1962 г. Уч.-изд. л. 3,1. Зак. 403.
Тираж 1050 экз.	Цена 10 коп.
1-я типография Профиздата, Москва, Крутицкий вал, 18.	