

УДК 66.023

Д. Г. Калишук, кандидат технических наук, доцент (БГТУ);**Н. П. Саевич**, кандидат технических наук, старший преподаватель (БГТУ);**О. А. Ивашкевич**, академик НАН Беларуси, доктор химических наук, профессор (БГУ);**Ю. В. Григорьев**, кандидат химических наук, заведующий лабораторией (НИИФХП БГУ)

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДВУХСТУПЕНЧАТОГО КОНТАКТНО-РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОГО УСТРОЙСТВА В РЕАКТОРАХ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОЙ УСТАНОВКИ ПРОИЗВОДСТВА МЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

Обосновано значение диспергирования и равномерного распределения потоков в аппаратах для взаимодействий жидкость – жидкость. Показаны актуальность диспергирования фаз и распределения потоков в колонных реакторах установки для получения метиловых эфиров жирных кислот. Описаны конструкция и принцип действия контактно-распределительного устройства для реакторов этерификации, нейтрализации и промывки данной установки. На основе опыта эксплуатации установки подтверждены работоспособность и эффективность устройства, а также даны рекомендации по его более широкому использованию.

Justified by the value of dispersion and uniform distribution of flow in the apparatus for a liquid-liquid interactions. Showing the relevance of phase dispersion and distribution of flows in the column reactor plants for fatty acid methyl esters. The design and principle of operation of the contact and switch-gear for the esterification reactor, neutralization and washing of the plant. Based on the experience of the plant confirmed efficiency and effectiveness of the device, as well as recommendations for its wider use.

Введение. В химической промышленности, в смежных отраслях ряд тепловых, массообменных и химических процессов осуществляется в двухфазных системах жидкость – жидкость, жидкость – газ (пар). Для обеспечения интенсивного и эффективного протекания этих процессов требуется равномерное распределение дисперсной среды в жидкости. В частности, в жидкостных реакторах непрерывного действия проточного типа при обеспечении равномерного распределения взвешенных частиц в эмульсии, представляющей собой реакционную смесь, достигается стабильное качество конечного продукта [1–3]. При значительном времени протекания взаимодействия равномерность состава эмульсии может нарушаться под действием гравитационных и инерционных сил из-за возникновения застойных зон, слияния и, следовательно, укрупнения капель и пр. Поэтому процессы в аппаратах такого рода следует проводить с воздействиями, обеспечивающими стабильность дисперсного состава реакционной смеси и равномерность ее распределения по сечению.

В результате комплекса исследований, проведенных в Научно-исследовательском институте физико-химических проблем Белорусского государственного университета (НИИФХП БГУ), был разработан способ непрерывного производства метиловых эфиров жирных кислот (МЭЖК) [4]. МЭЖК являются компонентом биодизельного топлива. Их получают путем взаимодействия масел растительного происхождения, в частности рапсового, с метанолом. Для осуществления вышеуказанного способа также была разработана установка производст-

ва МЭЖК из рапсового масла [5]. Блок-схема установки представлена на рис. 1.

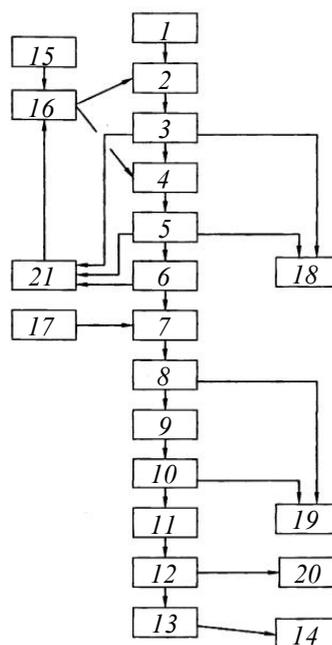


Рис. 1. Блок-схема установки производства МЭЖК: 1 – емкость для масла; 2 – реактор первой этерификации; 3, 5, 8, 10 – отстойники; 4 – реактор второй этерификации; 6 – аппарат для отгонки метанола; 7 – реактор нейтрализации; 9 – реактор промывки; 11 – аппарат для осушки МЭЖК; 12 – центрифуга; 13, 14 – сборники МЭЖК; 15 – емкость для метанола; 16 – реактор приготовления катализатора; 17 – емкость для нейтрализующего раствора; 18 – сборник глицериновой фазы; 19 – сборник промывной воды; 20 – сборник осадка; 21 – сборник регенерированного метанола

В установке предусмотрено четыре реактора непрерывного действия: этерификации 2 и 4, нейтрализации 7 и промывки 9. Во всех реакторах в ходе технологического процесса осуществляются гетерогенные взаимодействия. Реакционные смеси в них представляют собой эмульсии. В реакторе первой этерификации 2 рапсовое масло взаимодействует с катализатором – раствором щелочи в метаноле. В реакторе второй этерификации 4 происходит взаимодействие свежей дозы катализатора с масляно-эфирной фазой, выделенной из продуктов реакции первой этерификации. В реакторах 2 и 4 основная часть метанола, входящего в состав катализатора, реагирует с жирными кислотами, образуя МЭЖК. Продукты реакции из реактора 4 после отделения глицериновой фазы и отгонки метанола направляются в реактор нейтрализации 7. В нем остатки щелочи взаимодействуют с кислотой. Соли из эфирной фазы продуктов, полученных в реакторе 7, отмываются в реакторе промывки 9. В дальнейшем из МЭЖК-сырца отделяются остатки воды и взвешенные частицы мыла. Полученный товарный МЭЖК направляется в сборники 13 и 14.

Лабораторные исследования показали, что для качественного проведения каждой из стадий, протекающих в реакторах 2, 4, 7 и 9, требуется от 15 до 30 мин. Лабораторное моделирование указанных стадий проводилось в аппаратах с мешалками.

В соответствии с комплексным государственным научно-техническим проектом «Разработать технологию возделывания сорта рапса с высоким содержанием ненасыщенных жирных кислот и его комплексной переработки с получением различных видов дизельного топлива и сопутствующих продуктов» на основании научно-технических решений, представленных в патентах [4, 5], были выполнены проектирование, изготовление и монтаж опытно-промышленной установки по производству МЭЖК. Масштабные характеристики установки были ограничены проектным заданием. Оно предписывало возможность мобильного перемещения оборудования с одной производственной площадки на другую. На стадиях эскизного проектирования и выполнения технического проекта было принято решение о применении в качестве реакторов первой и второй этерификации, нейтрализации и промывки колонных реакторов проточного типа. При этом каждый из реакторов состоит из четырех последовательно соединенных модулей. Во всех реакторах требовалась установка внутренних устройств для поддержания реакционных смесей в эмульгированном виде, а также для равномерного распределения потоков по сечению аппаратов.

Основная часть. Для обеспечения эмульгирования реакционных смесей и равномерного

распределения потоков по сечению реакторов установки производства МЭЖК было предложено использовать статические контактно-распределительные устройства. Они проще по конструкции, дешевле, требуют меньших затрат и квалификации персонала при эксплуатации, обслуживании и ремонте. Простейшим устройством такого типа является дырчатый лист [6]. Однако он не обеспечивает достаточно равномерного распределения двухфазного потока по сечению аппарата. Более совершенным является двухступенчатый распределитель, представленный на рис. 2.

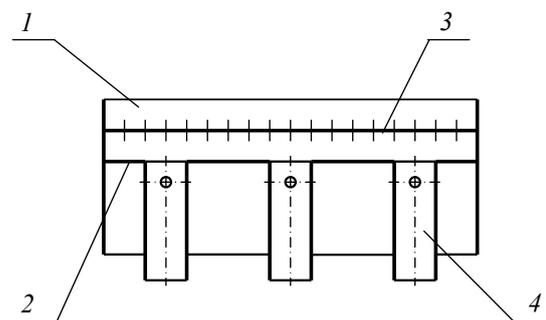


Рис. 2. Двухступенчатый распределитель: 1 – обечайка; 2 – нижняя тарелка; 3 – верхняя тарелка; 4 – барботажные патрубки

Исследования указанного распределителя [7] показали, что он обеспечивает гораздо более равномерное распределение легкой фазы по сечению аппарата (рис. 3). С учетом того, что в реакторах осуществляется распределение жидкой фазы, а также требуется поддержание ее в эмульгированном виде, конструкция двухступенчатого распределителя была модифицирована и получила наименование «контактно-распределительное устройство» [8]. Схема контактно-распределительного устройства изображена на рис. 4.

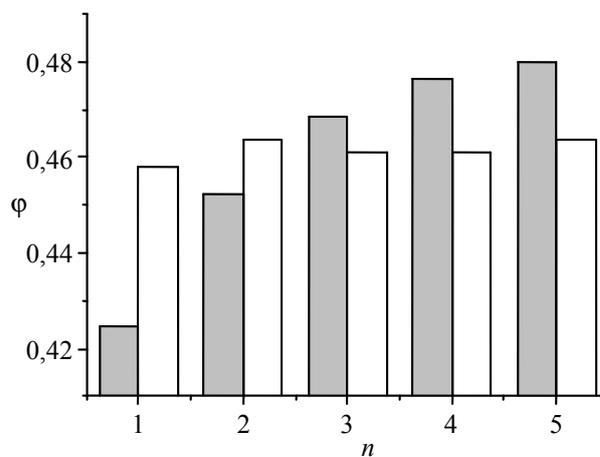


Рис. 3. Гистограммы газосодержаний φ для дырчатого листа (темный фон) и двухступенчатого распределителя (светлый фон): n – номер измерительной ячейки

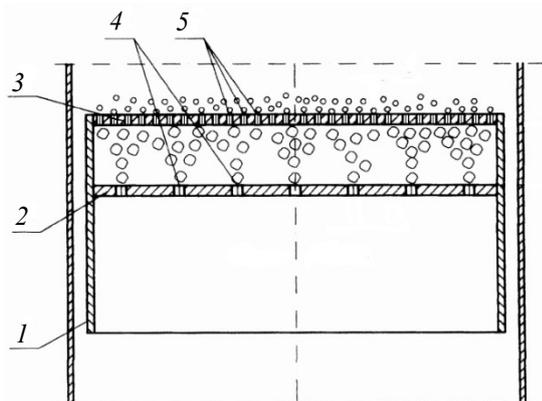


Рис. 4. Контактно-распределительное устройство [8]:
1 – обечайка; 2 – нижняя пластина; 3 – верхняя пластина; 4, 5 – отверстия

Устройство монтируется внутри вертикального цилиндрического корпуса аппарата, в котором движется восходящий поток сплошной фазы – жидкости. Устройство состоит из обечайки 1 и установленных в ней нижней 2 и верхней 3 перфорированных пластин. Пластины 2 и 3 имеют отверстия 4 и 5 соответственно. Отверстия в пластинах размещены равномерно, причем суммарная площадь отверстий 5 в верхней пластине значительно больше суммарной площади отверстий 4 в нижней пластине. Расстояние между пластинами должно составлять до восьми диаметров отверстий 4.

Контактно-распределительное устройство работает следующим образом. Легкая фаза поступает внутрь обечайки 1 под нижнюю перфорированную пластину 2. Поскольку степень перфорации нижней пластины мала, то под ней даже при небольшом расходе легкой фазы образуется значительный по высоте слой этой фазы и обеспечивается равномерное поступление ее в отверстия 4. Легкая фаза в виде капель (жидкость) или пузырей (газ) истекает из отверстий 4 в пространство между пластинами. Ввиду того, что расстояние между пластинами небольшое, капли (пузыри) легкой фазы не имеют возможности значительно мигрировать в поперечном направлении. Поэтому даже при отсутствии слоя легкой фазы под верхней перфорированной пластиной эта фаза равномерно истекает через ее отверстия. При струйном истечении легкой фазы через отверстия 4 нижней пластины, последующем распаде струй на капли (пузыри) в пространстве между пластинами равномерность истечения легкой фазы через отверстия 5 верхней пластины сохраняется из-за ограниченной поперечной миграции фазы, как и при ее капельном (пузырьковом) истечении через отверстия 4.

Отверстия 4 и 5 выполняют значительного размера, что обеспечивает малую чувстви-

тельность их к загрязнениям и коррозионным воздействиям.

Тяжелая фаза при работе аппарата проходит через кольцевой зазор между стенками его корпуса и обечайки контактно-распределительного устройства. Создание слоя легкой фазы под нижней пластиной с последующим диспергированием обеспечивает обновление поверхности контакта и повышает эффективность взаимодействия.

Описанное контактно-распределительное устройство по сравнению с аналогами обеспечивает:

- повышенную равномерность распределения легкой фазы;
- расширение диапазона устойчивой работы;
- высокую надежность в работе;
- повышенную эффективность взаимодействия фаз.

Кроме того, вследствие образования значительного по высоте слоя легкой фазы под нижней пластиной даже при малых расходах этой фазы, не требуется точная горизонтальная установка пластин. Это значительно упрощает изготовление и монтаж контактно-распределительных устройств.

Конструкция каждой из секций реакторов опытно-промышленной установки производителем МЭЖК (рис. 5) предусматривала каскад из десяти контактно-распределительных устройств.

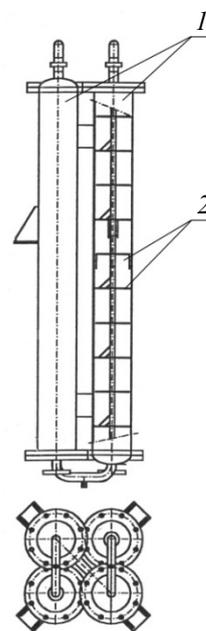


Рис. 5. Схема реактора:
1 – секции; 2 – контактно-распределительные устройства

При проектировании контактно-распределительных устройств общая площадь отверстий нижних пластин была рассчитана таким образом, чтобы при прохождении легкой фазы через них обеспечивались межфазные напряжения,

достаточные для эффективного диспергирования. Шаг расположения контактно-распределительных устройств был выбран с учетом рекомендацией по проектированию пульсационных жидкостных экстракторов с дырчатыми тарелками [9]. Рабочее проектирование и изготовление реакторов было осуществлено фирмой Wiedemann-Polska. Монтаж и пусконаладка установки проводились на ОАО «Гродно-Азот». В ходе ее эксплуатации были получены МЭЖК, что позволило впервые в Беларуси наладить производство биодизельного топлива, соответствующего стандартам. Все реакторы опытно-промышленной установки, в конструкции которых использовались двухступенчатые контактно-распределительные устройства, обеспечивали стабильное проведение технологического процесса. Опыт эксплуатации показал, что работа реакторов без ухудшения качества производимых МЭЖК возможна в широком диапазоне нагрузок. После небольшой модернизации, не затрагивавшей реакторы, установка успешно эксплуатировалась при нагрузках, соответствующих производительности 5000 т/год (проектная производительность – 2000 т/год МЭЖК).

Заключение. Применение двухступенчатого контактно-распределительного устройства в опытно-промышленной установке производства МЭЖК доказало эффективность и надежность его работы. На основании этого использование устройства может быть рекомендовано в реакторах для взаимодействий жидкость – жидкость, жидкость – газ, в жидкофазных экстракторах, абсорберах.

Литература

1. Холланд, Ф. А. Химические реакторы и смесители для жидкофазных процессов / Ф. А. Холланд, Ф. С. Чапман. – М.: Химия, 1974. – 208 с.
2. Левеншпиль, О. Инженерное оформление химических процессов / О. Левеншпиль. – М.: Химия, 1969. – 621 с.
3. Гельперин, Н. И. Структура потоков и эффективность колонных аппаратов химической промышленности / Н. И. Гельперин, В. Л. Пелбалк, А. Е. Костянян. – М.: Химия, 1977. – 261 с.
4. Sposob wytwarzania estru metylowego z oleju rzepakowego metoda ciagla: patent 206674 Rzeczpospolita Polska, Int. Cl. C07C67/03, C10L1/02 / A. Ostaniewicz, A. Sajkowski, O. A. Iwaszkiewicz, W. W. Simirskji, J. W. Grigorjew, D. G. Kallizuk; Wiedemann-Polska, SOO, PL; Zaklad Bialoruskiego Uniwersytetu anstwowego «Naukowo-Badawczy Instytut Zagadnien Fizykochemicznych», BY. – № 366817; zglosz. 01.04.2004; oglosz. 30.09.2010 // WUPRP. – 2010. – № 9. – S. 2325.
5. Instalacja do produkcji estru metylowego z oleju rzepakowego metoda ciagla: patent 198984 Rzeczpospolita Polska, Int. Cl. C07C67/03, C10L1/02 / A. Ostaniewicz, A. Sajkowski, O. A. Iwaszkiewicz, W. W. Simirskji, J. W. Grigorjew, D. G. Kallizuk; Wiedemann-Polska, SOO, PL. – № 366819; zglosz. 01.04.2004; oglosz. 29.08.2008 // WUPRP. – 2008. – № 8. – S. 2008.
6. Кутепов, А. М. Гидродинамика и теплообмен при парообразовании / А. М. Кутепов, Л. С. Стерман, Н. Г. Стюшин. – М.: Высш. шк., 1986. – 448 с.
7. Саевич, Н. П. Интенсификация теплообмена путем ввода острого пара в жидкость на экономайзерном участке вертикальных трубчатых аппаратов: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.17.08 / Н. П. Саевич; Белорус. гос. технол. ун-т. – Минск, 2004. – 22 с.
8. Urzadzenie stykowo-rozdzielcze: patent 207341 Rzeczpospolita Polska, Int. Cl. F24J1/00 / A. Ostaniewicz, A. Sajkowski, O. A. Iwaszkiewicz, W. W. Simirskji, J. W. Grigorjew, D. G. Kallizuk; Wiedemann-Polska, SOO, PL; Zaklad Bialoruskiego Uniwersytetu Panstwowego «Naukowo-Badawczy Instytut Zagadnien Fizykochemicznych», BY. – № 366818; zglosz. 01.04.2004; oglosz. 31.12.2010 // WUPRP. – 2010. – № 12. – S. 3203.
9. Общий курс процессов и аппаратов химической технологии: в 2 кн. / В. Г. Айнштейн [и др.]; под ред. В. Г. Айнштейна. – М.: Логос: Высш. шк., 2002. – Кн. 2. – 872 с.

Поступила 26.02.2012