

Лекція:5. Екстракція. Загальні відомості. Булова екстракторів. Схеми екстракційних установок. Порівняння і вибір екстракторів. Сушіння. Загальні відомості. Схеми сушіння. Кристалізація. Конструкції і розрахунок кристалізаторів.

Мета: ознайомитися з процесами екстракції, сушки, кристалізації.

План лекції

Вступ

1. Екстракція. Загальні відомості.
2. Схеми екстракційних установок.
3. Будова і принцип дії екстракторів.
4. Сушіння. Загальні відомості.
5. Схеми сушіння.
6. Кристалізація.
7. Конструкції і розрахунок кристалізаторів.

Висновки

Література

Питання

Вступ

Екстракція – процес добування одного або декількох компонентів з розчинів або твердих тіл за допомогою вибіркового розчинника (екстрагентів).

Рідинну екстракцію потрібно розглядати як один з основних методів розділення однорідних рідких сумішей. Процес екстракції як правило економічно є більш вигідним за ректифікацію при малій концентрації речовини, яку потрібно виділити. Також екстракцію доцільно використовувати коли суміш важко або неможливо розділити ректифікацією, або суміш яка розділяється розкладається при нагріванні.

При екстракції речовин досягаються такі цілі:

- 1) вибіркоче добування речовин з вихідного розчину;
- 2) розділення речовин, що містяться у вихідному розчині та одержання їх у чистому вигляді.

Екстракція. Загальні відомості

Екстракція може бути рідинна – процес переходу одної або декілька розчинених речовин з одної рідкої фази в іншу, практично нерозчинну або мало розчинну в 1 фазі, але яка розчиняє ці речовини. Процес проходить при безпосередньому контакті двох рідких фаз.

Екстракцією з твердих речовин рідиною (розчинником) називають екстрагуванням. Якщо у якості розчинника використовується вода, то таку екстракцію називають вилуговуванням.

Зазвичай екстракцію поєднують з ректифікацією для регенерації екстрагуючої рідини. Також можуть регенерувати її випаруванням.

Густина розчинника і суміші речовин яку розділяють повинна бути різна.

Екстрактом називають розчин витягнутих речовин у екстрагенті, а розчин з якого видалені екстрагуючі компоненти – рафінатом.

У процесі екстракції можна розрізнити такі стадії:

- 1) проникнення екстрагента в пори твердого матеріалу або у вихідний розчин;
- 2) розчинення цільового компонента;
- 3) перенесення речовини, що екстрагується, з глибини твердої частини до поверхні

- розподілу фаз (молекулярна дифузія);
- 4) перенесення речовини від поверхні розподілу фаз у об'єм екстрагента (конвективна дифузія).

Апарати екстракційні (екстрактори) – апарати для проведення процесів екстракції.

Класифікація екстракторів

I. Залежно від виду контакту між рідкими фазами:

1. Диференціально-контактні, в яких характер зміни фаз наближається до безперервного.
2. Ступеневі, в яких зміна складу фаз відбувається стрибкоподібно та у кожному ступені здійснюється перемішування та розділення (сепарація фаз).

II. Екстрактори без механічних перемішувальних пристроїв (колонні апарати: розпилювальні; поличні; насадкові; тарілчасті; сітчасті).

III. Механічні екстрактори – екстрактори, в яких підводиться зовнішня енергія (роторно-дискові, пульсаційні або вібраційні, відцентрові та апарати з мішалками).

Ізотерма екстракції – крива зміни концентрацій компонентів у екстрагенті залежно від їх концентрацій у вихідному розчині за рівноважних умов. Така крива дуже зручна тим, що кожна її точка безпосередньо показує відповідні концентрації в обох фазах та, отже, за нею можна визначити коефіцієнти розподілу в усьому діапазоні концентрацій. Ізотерми екстракції також дозволяють установити граничну концентрацію цільового компонента в екстрагенті.

Коефіцієнт розподілу екстракції – відношення рівноважної аналітичної концентрації цільового компонента в екстракті y^* до його рівноважної концентрації у рафінаті x^* :

$$D = y^*/x^*.$$

Чим більше D , тим вища здатність даного екстрагента витягати цільовий компонент. Як правило, $D = 1 - 10000$.

Схеми екстракційних установок.

Залежно від глибини вилучення з вихідного розчину розчиненої в ньому речовини, вимог до рафінату і екстракту, і інших умов можливі різні варіанти проведення процесу рідинної екстракції. Однак будь-яке екстрагування обов'язково включає в себе дві основні стадії: змішування розчинника з вихідною сумішшю для створення між ними тісного контакту і поділ утвореної суміші на екстракт і рафінат. Цю стадію процесу зазвичай проводять у спеціальному регенераційному апараті.

У хімічній технології використовуються в основному такі способи проведення екстракції: однократна екстракція, багатократна екстракція з перехресним і протитечієм рухом розчинника, безперервна протитечієва екстракція. Найбільшого поширення в промисловості отримала екстракція одним розчинником, хоча знаходить застосування і екстракція двома екстрагентами.

Одноразова (одноступенева) екстракція. Цей спосіб проведення екстракції полягає в тому, що вихідний розчин F і екстрагент S перемішують у змішувачі 1 (рис. 1), після чого у відстійнику 2 розділяють на два шари: екстракт E і рафінат R . Зазвичай вважають, що в змішувачі 1 внаслідок інтенсивного перемішування і достатнього часу контакту встановлюється фазова рівновага, тобто однократна екстракція дозволяє досягнути ефективності, відповідної теоретичної ступені зміни концентрації. Ступінь вилучення при такому методі проведення екстракції можна підвищити, збільшуючи подачу екстрагенту в апарат 1, але це призведе до зниження концентрації екстракту і подорожчання процесу.

Процес можна здійснювати як періодично, так і неперервно. При періодичній організації процесу стадію розділення екстракту і рафінату можна проводити в змішувачі 1. У цьому випадку відпадає необхідність у відстійнику 2.

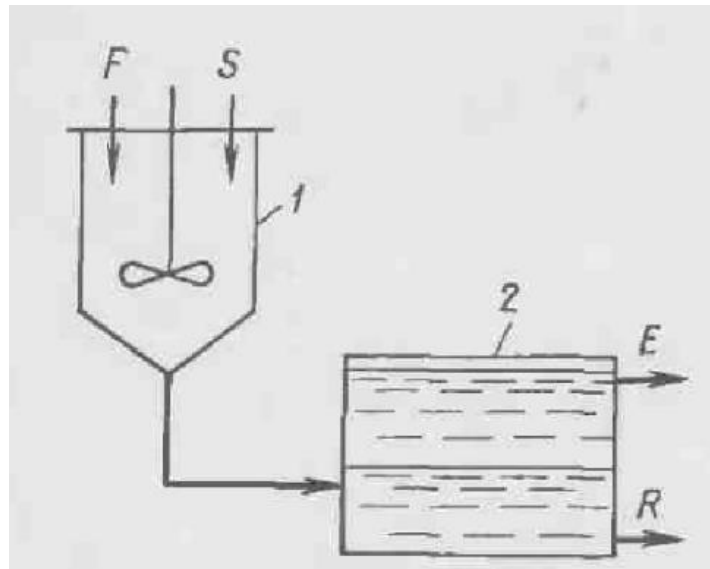


Рис. 1. Схема одноразової (одноступінчатої) екстракції:
1 - змішувачів; 2 - відстійник-сепаратор.

Багаторазова екстракція з перехресним потоком розчинника. При проведенні екстракції за цим способом (рис. 2) вихідний розчин F і відповідні рафірати обробляють порцією свіжого екстрагента S_1, S_2 і т.д. на кожному ступені екстракції, що складається з змішувача і відстійника (на рис. 2 відстійники не показані), причому рафірати направляють послідовно в наступні ступені, а екстракти E_1, E_2 і т.д. після кожного ступеня виводять із системи. При такому способі екстрагування вихідний розчин F надходить у першу сходинку, а кінцевий рафінат R_n відбирають з останньою, n -го ступеня.

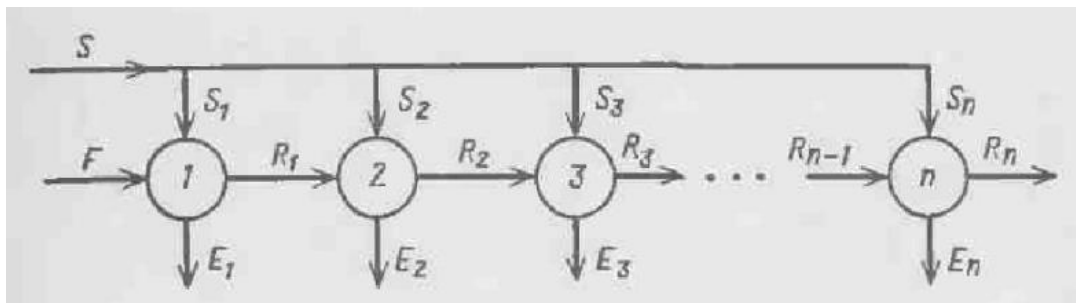


Рис. 2. Схема багаторазової екстракції з перехресним потоком розчинника (1, 2, 3, ..., n -го ступеня).

За цим способом можна практично повністю витягти з вихідного розчину розподіляємий компонент і отримати чистий рафінат. Однак при цьому неминучі втрати розчинника, що міститься у вихідному розчині, так як на кожному ступені відбувається часткове видалення цього розчинника з екстрактом.

Багаторазова екстракція з протиточним рухом розчинника. Цей спосіб проведення екстрагування характеризується багаторазовим контактуванням в ступенях 1, 2 і т.д. при протиточному русі потоків рафінату R і екстракту E (рис. 3) за умови подання вихідного розчину F і екстрагента з протилежних кінців установки. Оскільки спосіб проведення екстракції при протиточному русі розчинника дозволяє забезпечити отримання продуктів заданої якості при досить високій продуктивності установки, цей спосіб екстрагування знаходить достатньо широке застосування в промисловості.

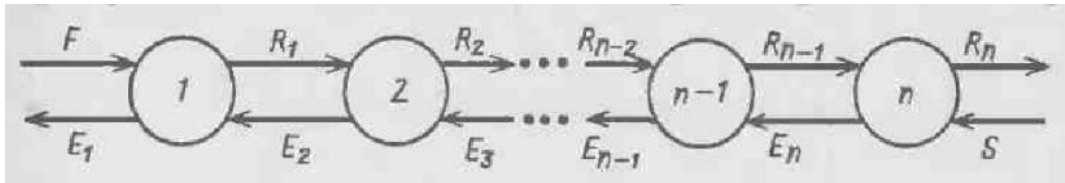


Рис. 3. Схема багаторазової екстракції з протитечійним рухом розчинника (1, 2, ..., n-1, n-го ступеня).

Безперервна протиточна екстракція. Такий спосіб екстрагування здійснюють в апаратах колонного типу (наприклад, насадочних). Більш важкий розчин (наприклад, вихідний) безперервно подають у верхню частину колони (рис. 4), звідки він стікає вниз. У нижню частину колони надходить легка рідина (в нашому випадку розчинник), яка піднімається вгору по колоні. В результаті контакту цих розчинів відбувається перенесення речовини з вихідного розчину в екстрагент. Цей спосіб екстракції часто застосовується в промисловості.

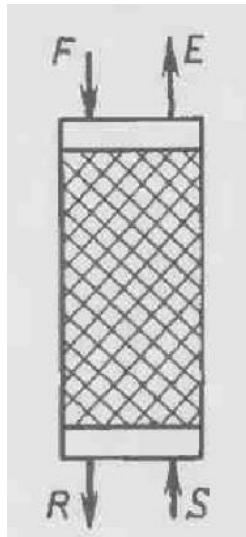


Рис. 4. Схема безперервної протиточної екстракції.

Протиточна екстракція з флегмою. При необхідності більш повного поділу вихідного розчину екстрагування можна проводити з флегмою за аналогією з процесом ректифікації (рис. 5). У цьому випадку вихідну суміш F подають в середню частину апарату (на ступінь живлення).

Після регенерації екстракту в регенераторі 2 частина отриманого продукту R_0 повертають у вигляді флегми в апарат 1, а іншу частину відбирають у вигляді витягнутого з вихідного розчину компонента В. Очевидно, що склади розчинів R_0 і В однакові. Таким чином, вузол 2 екстракторної установки є аналогом вузла дефлегмації ректифікаційної установки.

Потік флегми R_0 при контакті з потоком екстракту вимиває з останнього частково або повністю розчинений у ньому вихідний розчинник А, який в кінцевому підсумку переходить в рафінат, внаслідок чого ступінь поділу і вихід рафінату підвищуються.

Слід зазначити, що екстракція з флегмою, покращуючи розділення вихідного розчину, призводить до збільшення витрати екстрагенту та обсягу апаратури, що здорожує цей процес. Тому вибір кількості флегми повинен проводитися на основі техніко-економічного розрахунку.

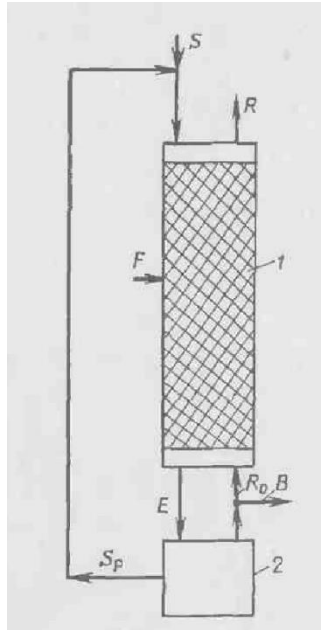


Рис. 5. Схема протиточної екстракції з флегмою:

1 екстракційний апарат. 2-апарат для регенерації екстракту.

Екстракції двома розчинниками. Якщо у вихідному розчині міститься два або більше компонентів, які потрібно витягти роздільно або групами з декількох компонентів, то використовують екстракцію з двома незмішувочими розчинниками. Розчинники підбирають таким чином, щоб кожен з них розчиняв який-небудь один компонент або групу компонентів. Схема такого екстрагування представлена на рис. 6. Вихідну суміш F , що складається з компонентів A та B , подають в середню частину апарату 1. Екстрагент S_2 (більш важкий, ніж S_1), вибірково розчиняє компонент A , надходить у верхню частину апарату 1, а екстрагент S_1 , який вибірково розчиняє компонент B , – в його нижню частину.

Часто екстрагент S_1 називають екстрагуючим. Тому верхня частина апарату 1 (вище місця введення вихідного розчину F) носить назву секції екстракції. У цій секції відбувається збагачення екстракту компонентом B . Екстрагент S_2 називають промивним, а нижню частину апарату, в якій відбувається більш повне розділення або вичерпування рафінату – секцією відмивання.

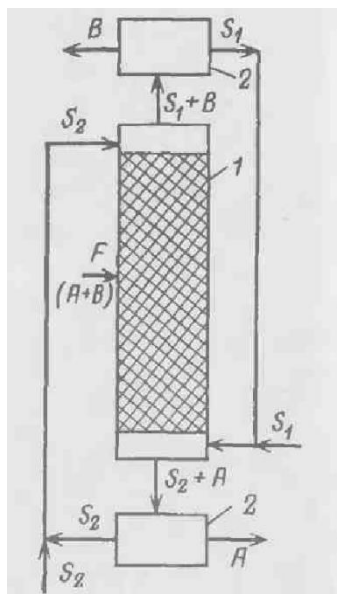


Рис. 6. Схема екстракції з двома розчинниками:

1 - екстракційний апарат, 2 - апарат для регенерації екстракту.

Екстракцію з двома розчинниками зазвичай застосовують для розділення речовин з близькою розчинністю. Для здійснення цього методу потрібно відносно велика витрата екстрагентів, що істотно здорожує процес.

Будова і принцип дії екстракторів.

За принципом взаємодії або способом контакту фаз екстрактори поділяють на дві групи: ступінчасті і диференціально-контактні. У середині цих груп екстрактори часто підрозділяють на гравітаційні (швидкість фаз в них обумовлена різницею щільності цих фаз) і механічні (при додаванні потокам енергії ззовні шляхом механічного перемішування, дією відцентрової сили, поршневим пульсатором і т. д.). Практично в будь-якому з апаратів названих груп для збільшення поверхні контакту фаз одна з фаз різними способами диспергується і розподіляється в іншій, суцільній фазі у вигляді крапель. Після кожного перемішування фаз в апаратах проходить сепарація цих фаз, що необхідно насамперед для регенерації екстрагента (під дією гравітаційних або відцентрових сил). Відзначимо також, що в промисловості зазвичай застосовують безупинно-діючі екстрактори.

Ступінчасті екстрактори. Екстрактори цієї групи складаються з дискретних ступенів, в кожному з яких відбувається контакт фаз, після чого вони поділяються і рухаються протитечією в наступні ступені.

На рис. 7 представлена схема одноступінчастої (а) і багатоступінчастої (б і в) установок одного з найпоширеніших типів ступінчастих екстракторів – змішувально-відстійного.

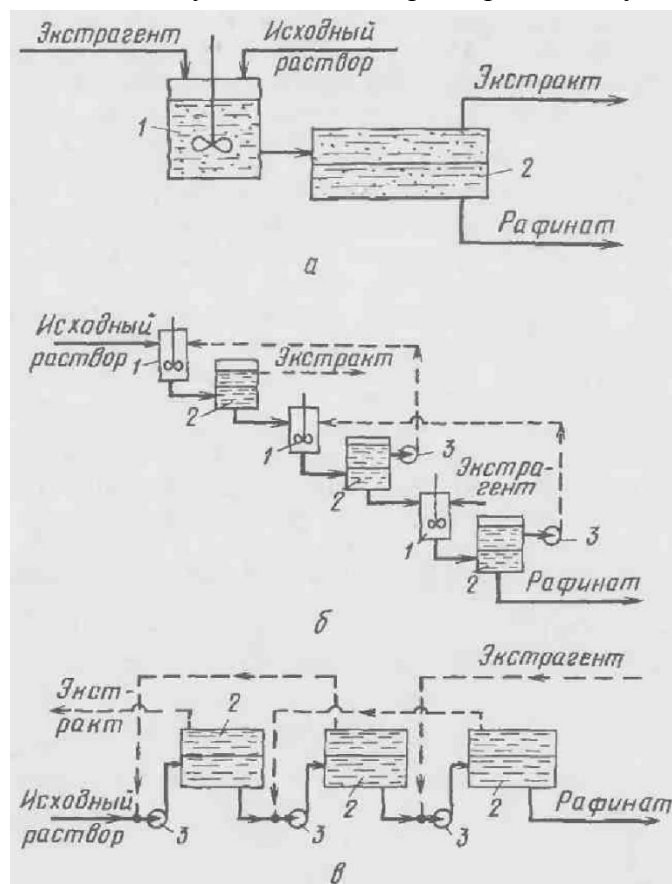


Рис. 7. Схеми одноступінчастої (а) і багатоступінчастих (б, в) установок змішувально-відстійних екстракторів:

1-змішувачі; 2-відстійник; 3-насоси.

Кожна ступінь такого екстрактора складається з змішувача 1, де відбуваються власне процес екстракції при інтенсивному перемішуванні фаз, і відстійника 2, в якому здійснюється відділення екстракту від рафінату. У змішувачі відбувається повне змішування фаз (тобто цей апарат працює за моделлю ідеального змішування - МІЗ) і внаслідок цього у змішувачі зазвичай досягається стан рівноваги між фазами. Таким чином,

в одному ступені фази рухаються прямоточно по відношенню один до одного, тоді як в цілому в установці створюється протитечійний рух фаз.

При каскадному з'єднанні ступенів (рис. 7,б) важка фаза рухається від ступеня до ступеня самопливом, а легка фаза повинна перекачуватися насосами 3. У горизонтальних змішувально-відстійних екстракторах для переміщення легкої та важкої фаз від ступеня до ступеня встановлюють насоси (на рис. 7,в насоси для переміщення легкої фази не показані), що ускладнює екстракційну установку і здорожує її експлуатацію. У випадку, якщо рівновага між фазами встановлюється швидко, роль екстрактора замість змішувача з мішалкою можуть виконувати насоси.

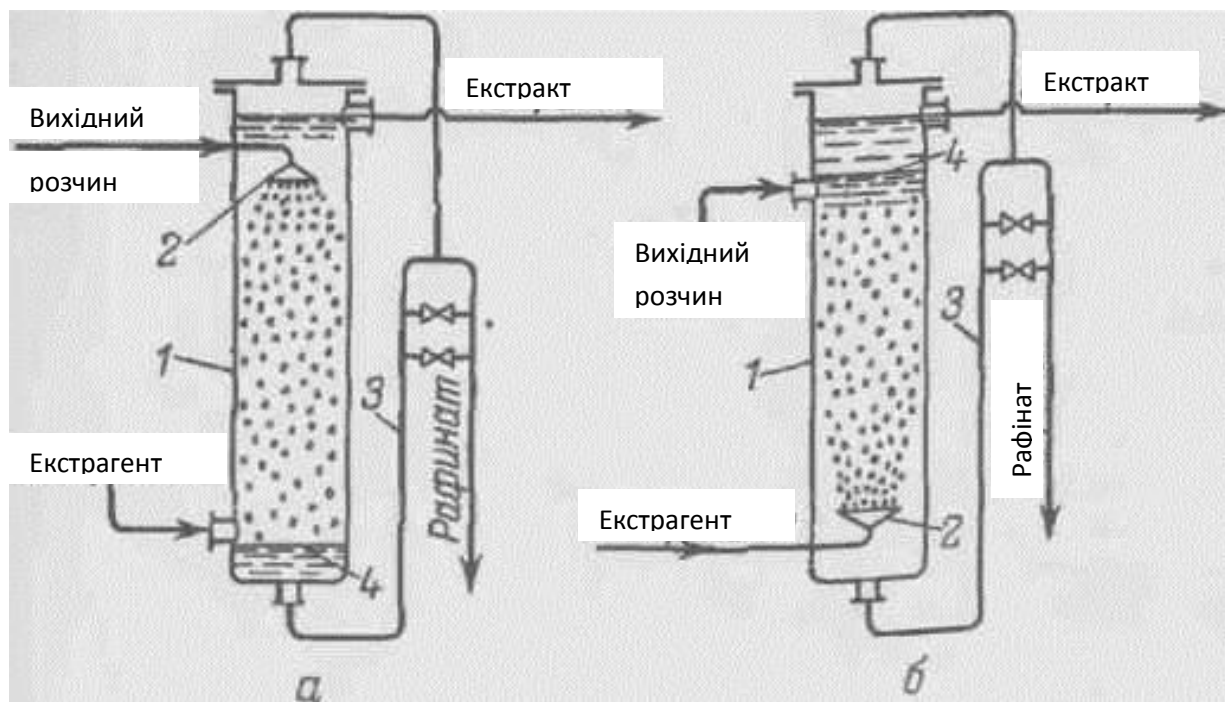
До переваг змішувально-відстійних екстракторів відносяться їх висока ефективність (ефективність кожного ступеня може наближатися до однієї теоретичної ступені поділу), можливість швидкої зміни числа ступенів, придатність для роботи в широких інтервалах зміни фізичних властивостей і об'ємного співвідношення фаз, відносно легке масштабування і ін. Недоліками цих екстракторів є велика займана виробнича площа, наявність змішувачів з індивідуальними приводами, великі обсяги гравітаційних відстійних камер.

Змішувально-відстійні екстрактори великої продуктивності (до 1500 м³/год) знаходять застосування в гідрометалургії, технології урану і в різних інших багатотоннажних виробництвах.

Диференційно-контактні екстрактори. Екстрактори цієї групи відрізняються безперервним контактом між фазами і плавною зміною концентрації по висоті апарату. У таких екстракторах (на відміну від ступеневих) рівновага між фазами по перетину апарату не досягається. Диференційно-контактні екстрактори компактніше ступеневих і займають меншу виробничу площу.

У гравітаційних екстракторах рух фаз проходить внаслідок різниці їх густини. До гравітаційним екстракторів відносяться розпилювальні, насадкові і тарілчасті колони.

Найбільш простими з влаштування представниками гравітаційних екстракторів є розпилювальні колони (рис. 8).



а - з розпиленням важкої фази; б - з розпиленням легкої фази; 1 - екстрактори; 2 - розпилювачі, 3 - гідрозатвори, 4 - поверхні розділу фаз.

Вони являють собою порожнисті колони 1 з пристроями 2 для диспергування важкої

(рис. 8,а) або легкої (8,б) фаз (вихідного розчину або екстрагента). Суцільна фаза переміщається протитоком до дисперсної. Краплі диспергованої рідини, пройшовши крізь стовп суцільної фази, коалесцюють і виходять з колони. Важка фаза йде через гідрозатвор 5, за допомогою якого регулюють рівень розділу фаз в колоні. Для кращого відділення фаз іноді верхню і нижню частини колони роблять більшого діаметра (при цьому знижується швидкість суцільної фази і поліпшуються умови сепарації фаз).

У розпилювальних колонах відсутні будь-які внутрішні пристрої, внаслідок чого фази в колоні можуть вільно циркулювати у вертикальному напрямку, тобто в цих апаратах є умови для поздовжнього перемішування фаз. Це явище ще більше посилюється при збільшенні відношення діаметра до висоти колони. Поздовжнє або зворотнє перемішування, як відомо, призводить до зниження швидкості масопередачі в результаті зменшення рушійної сили процесу. Тому розпилювальні екстрактори є апаратами низької ефективності; висота одиниці переносу в цих екстракторах досягає 5-6 м. До недоліків розпилювальних екстракторів відноситься також збільшення винесення крапель зі збільшенням частки диспергованої фази в системі.

Важливою перевагою розпилювальних екстракторів є можливість обробки в них забруднених рідин. Іноді ці апарати застосовують для екстрагування з пульп. Досить широке поширення в промисловості отримали насадкові екстрактори (рис. 9), які за конструкцією аналогічні до насадкових абсорберів.

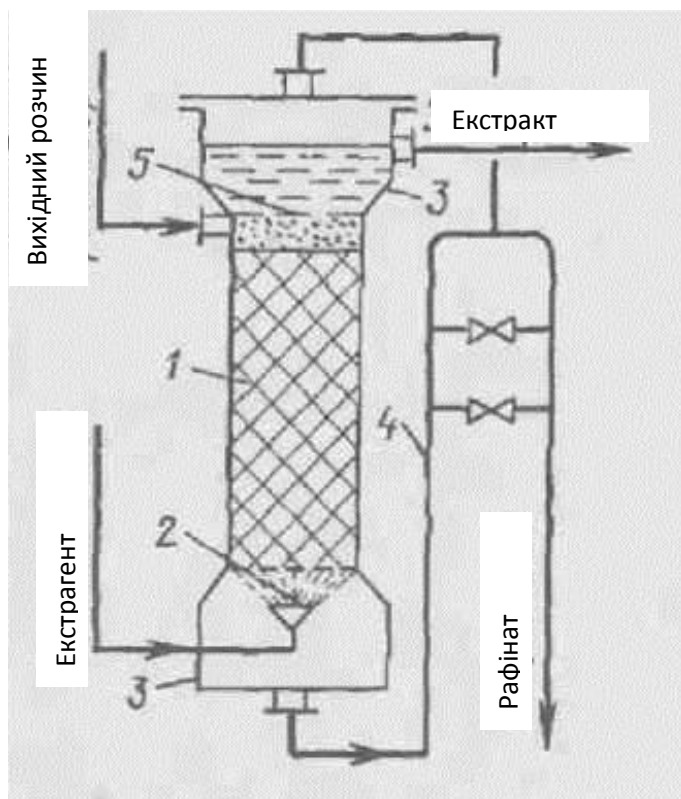


Рис. 9. Насадковий екстрактор:

1 - насадка; 2 - розподільник; 3 - відстійники; 4 - гідрозатвор; 5 - поверхня розділу фаз.

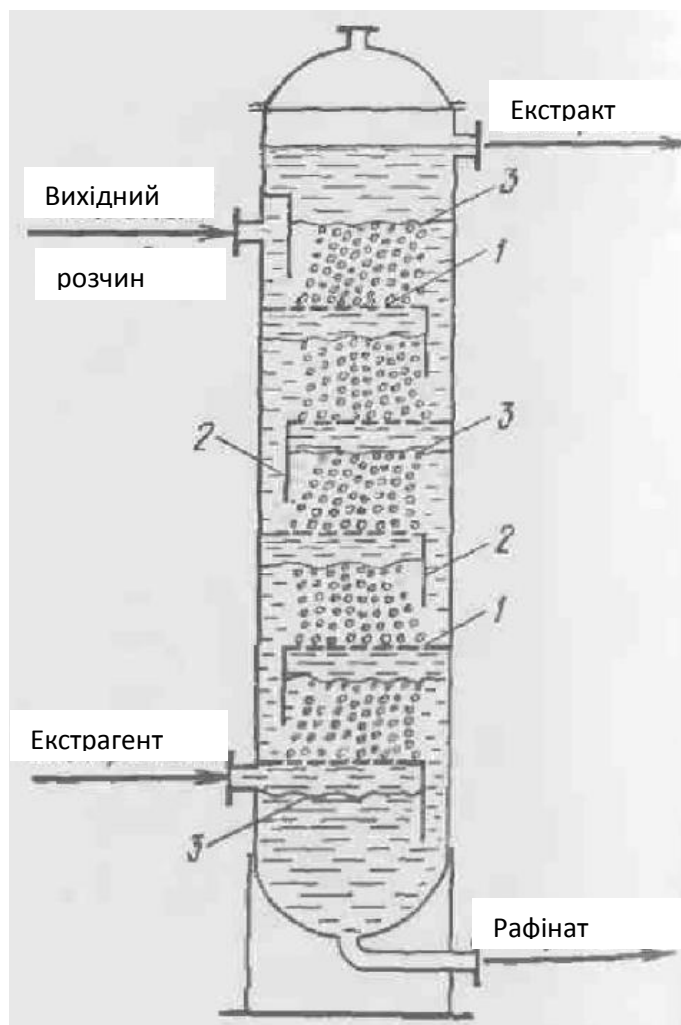


Рис. 10. Екстрактор з сітчастими тарілками:

1 - тарілки; 2 - переточки важкої фази з тарілки на тарілку; 3 - границя розділу фаз, що розшаровуються.

В якості насадки 1 часто використовують кільця Рашига, а також і насадки інших типів. Насадку розташовують на опорних ґратах секціями, між якими відбувається перемішування фаз. Одну з фаз (на рис. 9 - екстрагент) диспергують за допомогою розподільного пристрою 2 в потоці суцільної фази (вихідний розчин). У шарі насадки краплі можуть багаторазово коалесценціювати і потім дробитися, що підвищує ефективність процесу. Дуже важливим є вибір матеріалу насадки. Вона повинна переважно змочуватися суцільною фазою, оскільки при цьому усувається можливість небажаної коалесценції крапель і утворення на поверхні насадки плівки, що призводить до різкого зниження поверхні контакту фаз. Відзначимо, що керамічна і порцелянова насадки краще змочуються водною фазою, ніж органічною, а пластмасова насадка зазвичай краще змочується органічною фазою. Поділ фаз в насадкових колонах відбувається в відстійних зонах 3, що часто мають більший діаметр, ніж діаметр екстрактора, для кращої сепарації фаз.

В якості екстракторів в принципі можна використовувати будь-яку з тарілчастих колон, але в промисловості найбільше застосування знайшли сітчасті екстрактори (рис. 10). У цих апаратах одна з рідких фаз багаторазово диспергується і коалесценціює, проходячи через багато свердлених або штампованих отворів в тарілці 1. Швидкість процесу екстракції при цьому зростає внаслідок багаторазового диспергування фази. Оскільки цей процес пов'язаний з практично стрибкоподібною зміною концентрації, то іноді сітчасті

екстрактори відносять до апаратів ступеневої типу. Деякі автори сітчасті екстрактори вважають апаратами проміжного або змішаного типу.

У сітчастих екстракторах суцільна фаза (на рис. 20 суцільною фазою є вихідний розчин) тече вздовж тарілки 1 і перетікає з тарілки на тарілку через переливні пристрої 2. Після взаємодії з суцільною фазою краплі коалесценціюють і утворюють шар легкої фази під кожною вищерозташованою тарілкою. Якщо диспергується важка фаза, то шар цієї рідини утворюється над тарілками. Ці шари, які називають підпірними, забезпечують секціонування колони та висоті і перетікання суцільної фази тільки через переливні пристрої. Крім того, ці шари створюють гідростатичний напір, необхідний для подолання опору отворів тарілки, внаслідок чого рідина, проходячи через отвори тарілки, знову диспергується.

У промисловості застосовують звичайно екстрактори з сітчастими тарілками, що мають круглі отвори діаметром від 2 до 10 мм (більші для рідин з підвищеною в'язкістю), частіше 3-4 мм, з площею перфорації до 50-60%. Для того щоб краплі з сусідніх отворів не зливалися одна з одною, крок отворів становить $t = (1,5-3)d_0$.

Сітчасті гравітаційні екстрактори прості у виробництві, мають досить високу продуктивність, в них відсутні рухомі частини, внаслідок секціонування (тарілками) поздовжнє перемішування в цих апаратах невелике.

Сітчасті екстрактори застосовують у виробництві синтетичного каучуку (для екстракції дивінілу), в нафтохімії (для екстракції сірководню з зріджених газів та ін.), в фармацевтичній та інших галузях промисловості.

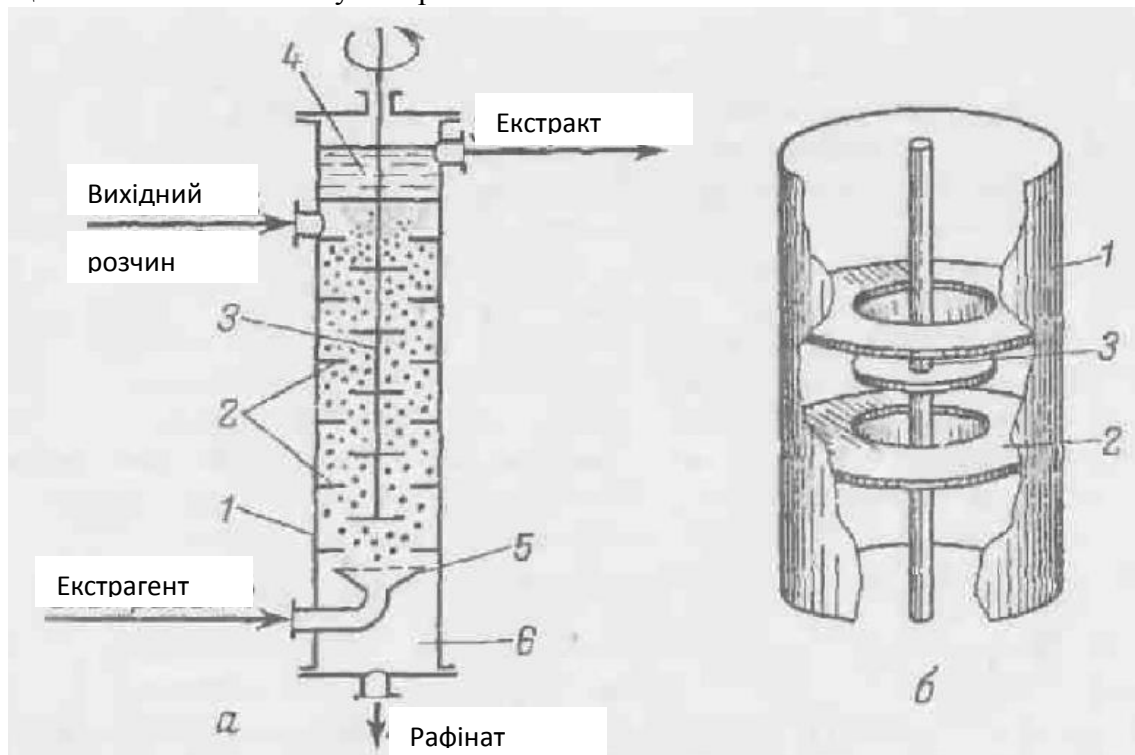


Рис. 11. Роторно-дисковий екстрактор (а) і один з варіантів його секції (б):

1 - колона; 2 - кільцеві перегородки; 3 - вал ротора з плоскими дисками; 4, 6 - відстійні зони відповідно для легкої та важкої фаз; 5 - розподільник легкої фази.

До механічних екстракторів відносяться диференціально-контактні екстрактори з підведенням зовнішньої енергії в контактуючі фази.

Одним з поширених у техніці механічних екстракторів є роторно-дисковий екстрактор (рис. 11).

У цьому екстракторі на рівній відстані одна від одної укріплені нерухомі кільцеві перегородки 2 (статор), що ділять колону на ряд секцій невеликого об'єму. По осі колони 1 на валу 3 розташовуються гладкі горизонтальні диски (ротор). Діаметр дисків ротора дещо

менше діаметра отворів кілець статора.

При обертання вала з дисками під дією сил тертя і відцентрових сил виникає рух суцільної фази до стінок апарату, досягнувши яких, рідина рухається вгору і вниз уздовж стінки і відбивається кільцями статора. Диспергована розподільником 5 легка фаза (екстрагент) рухається протитечією до суцільної.

В результаті в кожній секції виникають тороїдальні замкнуті потоки суцільної фази, що призводить до інтенсивного перемішування фаз. При цьому дисперсна фаза багаторазово дробиться дисками при зіткненні зі стінками і під дією турбулентних пульсацій. Дроблення на краплі супроводжується їх коалесценцією при взаємних зіткненнях, що сприяє підвищенню інтенсивності процесу масопередачі. Після перемішування при обтіканні кільцевих перегородок, що обмежують секції колони, фази частково розділяються внаслідок різниці густини. У відстійних зонах 4 і 6 фази поділяються і потім виходять з апарату.

Роторні екстрактори розрізняються в основному конструкцією перемішування. Так, замість гладких дисків застосовують різного виду мішалки, іноді секції заповнюють насадкою і т.п.

До основних переваг роторних екстракторів відносяться висока ефективність масопереносу, мала чутливість до твердих домішок у фазах, можливість створення апаратів великої одиничної потужності та ін.

Разом з тим роторним екстракторам притаманний серйозний недолік - нерівномірності поля швидкостей по висоті і поперечному перерізу апарату, в утворенні застійних зон, байпасуванні, що сприяють посиленню поздовжнього перемішування і порушення рівномірної структури потоків в апараті зі збільшенням діаметра апарату.

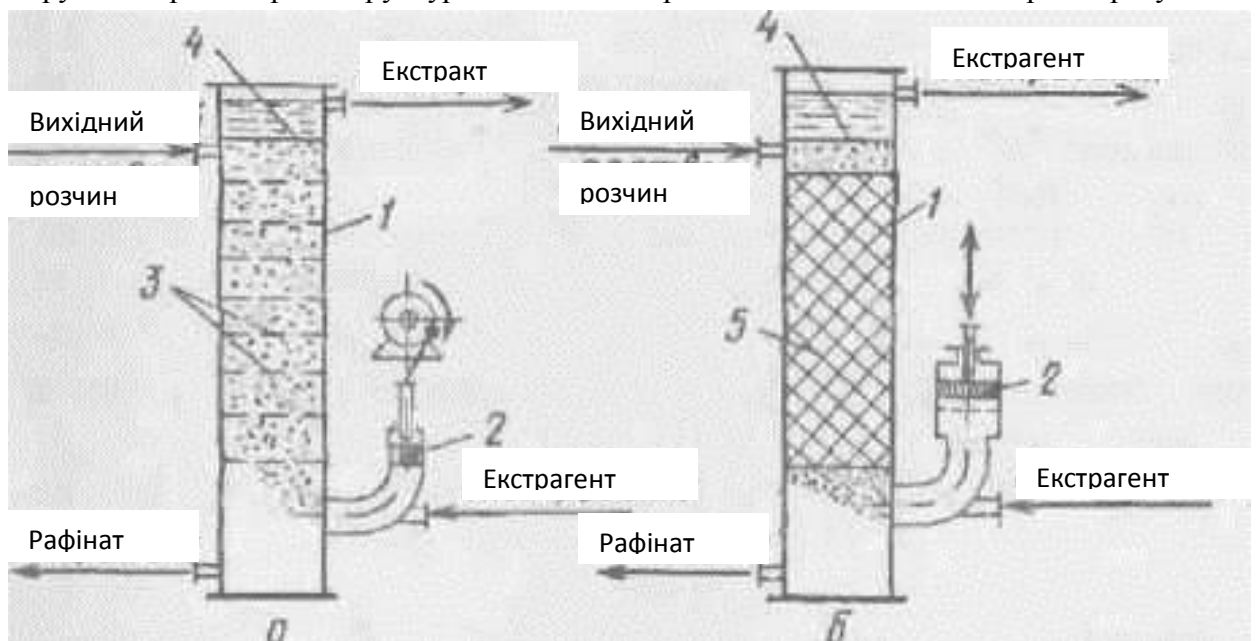


Рис. 12. Пульсаторні екстрактори з тарілками (а) і насадкою (б):

1 - колони, 2 - поршневі пульсатори; 3 - тарілки; 4 - поверхні розділу фаз в відстійних зонах; 5 - насадка.

Ефективність процесу масопереносу при екстракції можна підвищити за рахунок пульсацій фаз. У пульсаторних екстракторах застосовують два основних способи передавання пульсацій рідині. За першим способом пульсації в колонному екстракторі генеруються зовнішнім механізмом (пульсатором) гідравлічно, по другому – за допомогою вібрації перфорованих тарілок, укріплених на загальному штоку, якому надається зворотню поступальний рух.

Застосування пульсацій в процесі екстракції сприяє кращому диспергуванню рідини,

інтенсивному оновленню поверхні контакту фаз, збільшення часу перебування диспергованої рідини в екстракторі. Найбільшого поширення в техніці отримали сітчасті, тарілчасті і насадкові пульсаційні екстрактори (рис. 12).

В якості пульсаторів 2 використовують поршневі безклапанні мембранні і пневматичні насоси. У сітчастих тарілчастих пульсаційних екстракторах (рис. 12, а) використовуються частіше тарілки 3 без переливних пристроїв, хоча розроблені і спеціальні конструкції сітчастих тарілок для проведення пульсаційної екстракції. У пульсаційних колонах (рис. 12,б) застосовують також поршневі пульсатори з повітряною подушкою, що дозволяють ізолювати поршень пульсатора від середовища, що важливо передбачати при обробці агресивних середовищ.

Пульсаційні екстрактори високоефективні, дозволяють проводити екстракцію без контакту обслуговуючого персоналу з робочими рідинами, щоо дуже важливо, якщо рідини радіоактивні або токсичні.

До недоліків пульсаційних колон відносять великі динамічні навантаження на фундамент, підвищені експлуатаційні витрати, труднощі обробки років легкоемальгованих систем. Діаметр пульсаційних колон не перевищує 1,0 м, оскільки зі збільшенням діаметра утруднюється рівномірний розподіл швидкостей по перетину екстрактора і різко збільшується витрата енергії.

На відміну від пульсаційних в вібраційних екстракторах ефективно розділення досягається при зворотно поступальному русі пакету сітчастих тарілок, через які рідина проходить у вигляді струменів, що розпадаються на краплі в суцільній фазі.

Вібраційні екстрактори споживають менше енергії, ніж пульсаційні, так як вібрація повідомляється не всьому об'єму рідини, а лише її частині, що знаходиться в безпосередній близькості від тарілок, і пакету тарілок, маса яких не перевищує 10 % від маси рідини в екстракторі. Вібрація тарілок відрізняється меншими амплітудами і великими частотами.

Якщо різниця густин фаз мала, то для збільшення відносної швидкості фаз і підвищення ефективності процесу можуть успішно використовуватися відцентрові екстрактори. Відомий ряд конструкцій відцентрових екстракторів, які успішно працюють в промисловості, наприклад в фармацевтичній (при отриманні пеніциліну та інших антибіотиків), у процесах тонкого органічного синтезу, для очищення рослинних масел і т.п. Схема пристрою одного з найбільш поширених в промисловості відцентрових екстракторів представлена на рис. 13.

Всередині ротора 1 по всій його ширині розміщують перфоровану стрічку, згорнуту в спіраль, або встановлюють перфоровані концентричні циліндри з отворами або щілинами для проходу обох фаз. Легку і важку рідини під напором подають через протилежні кінці порожнього вала 3, що обертається з великою швидкістю (600-1200 хв⁻¹). При цьому легку фазу подають до периферії ротора, а важку ближче до його центру. При обертанні ротора під дією відцентрової сили в отворах стрічки або циліндрів багаторазово відбувається інтенсивна взаємодія фаз з подальшим їх розділенням в каналах спіралі і в просторі між циліндрами.

Досвід промислової експлуатації відомих у даний час відцентрових екстракторів в різних галузях промисловості вказує, що немінуча присутність в екстракційній системі твердої фази призводить до її осадження та поступового накопичення у обертовому роторі. Заповнення осадом сепараційного обсягу ротора збільшує взаємні виноси фаз і знижує основні технологічні показники екстракційного процесу: ефективність масопередачі, степінь видалення, коефіцієнт очищення цільового компонента. Подальше заповнення ротора осадами призводить до порушення неперервності технологічного процесу і необхідності розробки апаратів для видалення осадів, що зменшує продуктивність, збільшує об'єм некондиційних розчинів, знижує механічну надійність екстракторів.

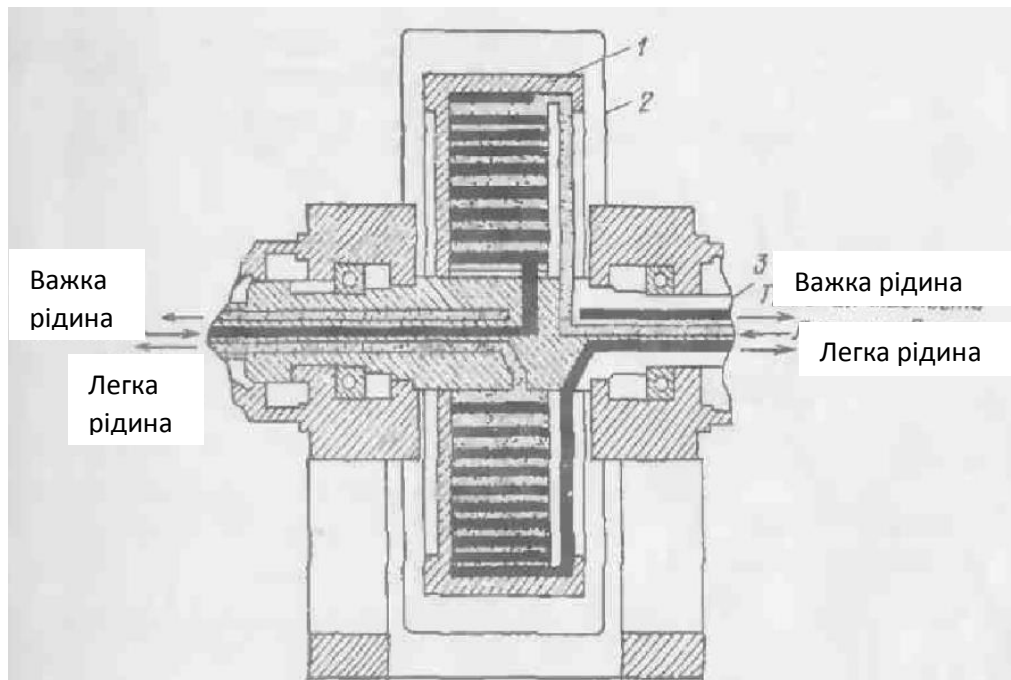


Рис. 13. Відцентровий екстрактор:
1 - ротор, 2 - кожух ротора, 3 - вал

В даний час в техніці екстракції все ширше застосовують ступінчасті відцентрові екстрактори. Поєднання в них інтенсивних процесів перемішування розчинів в полі сили тяжіння і подальшого поділу емульсії в полі відцентрової сили дає можливість одночасного досягнення високих значень ефективності масопередачі і питомої продуктивності. Відмічені переваги роблять ці екстрактори в деяких процесах кращими в порівнянні з колонними і змішувально-відстійними екстракційними апаратами.

На рис. 14 показано відцентровий екстрактор з безперервним виводом твердої фази, яка може надходити з вихідними розчинами або утворюватися при їх контактуванні. Цей екстрактор працює таким чином. Вихідні розчини надходять в камеру 1 і перемішуються мішалкою 2. Новоутворена емульсія за допомогою шнека 3 подається в ротор 4 конусної форми, де розділяється під дією відцентрової сили. Розділені рідини направляються з ротора в кільцеві збірники нерухомого корпусу 5, звідки самотоком виводяться з апарату. Конічна форма ротора і спеціальна конструкція гідрозатвора 6 сприяє неперервному видаленню осаду з ротора разом з важкою вазою, тому екстрактор може працювати без порушення гідродинамічного режиму при вмісті твердої фази в розчинах до 5 г/л. Максимальна маса осаду в роторі, накопичена в режим динамічної рівноваги, займає не більше 10 % обсягу ротора і залежить від кутової швидкості ротора, швидкості потоку рідини в роторі, концентрації твердої фази в розчині, чистоти обробки конусної поверхні. Взаємні виноси фаз при цьому не перевищують 0,1 %, а ефективність такого процесу масопередачі при часу контакту фаз порядку декількох секунд становить близько 100 %, тобто екстрактор відповідає моделі МІЗ. Конструкція апарату дозволяє змінювати тривалість контакту фаз за рахунок зміни обсягу змішувальної камери.

Відцентрові екстрактори описаного типу частіше застосовують у вигляді каскаду (подібно схемою на рис. 7).

Відцентрові екстрактори дуже компактні, високоефективні, можуть використовуватися для обробки систем, схильних до утворення стійких емульсій; час перебування рідин в цих екстракторах малий (до декількох секунд), мала також їх

утримуюча здатність.

Серйозними недоліками відцентрових екстракторів є відносна складність їх конструкції, часто необхідність подачі фаз в ці апарати під тиском та ін.

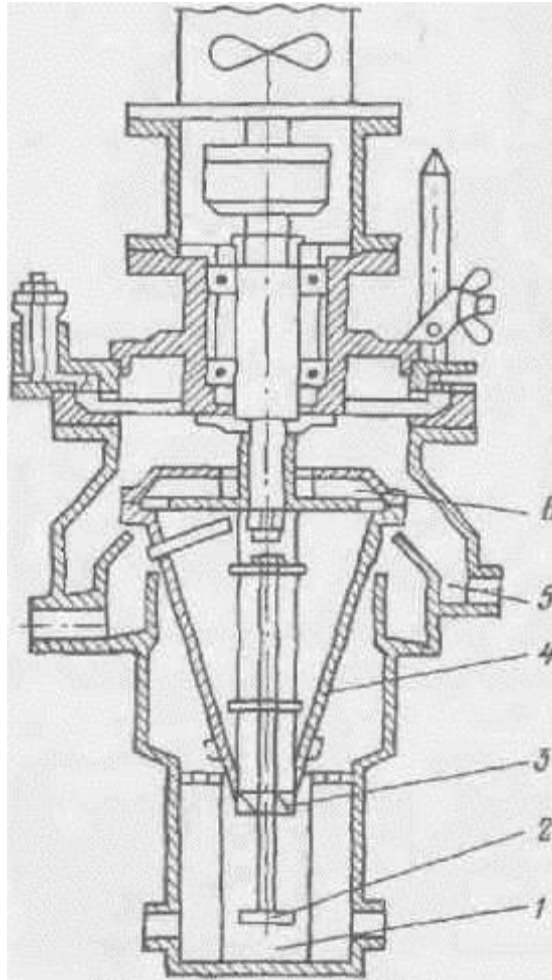


Рис. 14. Відцентровий екстрактор з безперервним вивантаженням осаду:
1 - камера; 2 - мішалка; 3 - шнек; 4 – ротор, 5 - кільцеві збірники; 6 – гідрозатвор.

Сушіння. Загальні відомості.

Сушіння – тепловий процес видалення вологи з твердих вологих матеріалів шляхом її випарювання та відведення парів, що утворилися.

Часто тепловому сушінню передують механічні способи видалення вологи (відстоювання, фільтрування, центрифугування та ін.).

У всіх випадках при сушінні у вигляді пари видається легколетучий компонент (вода, органічний розчинник і т. д.). Цей процес застосовується зазвичай або на кінцевій стадії технологічного процесу з метою забезпечення високих фізико-механічних характеристик одержуваних продуктів, або на проміжних стадіях, якщо видалення розчинника необхідно з технологічних міркувань.

Форми зв'язку вологи з матеріалом

1. Хімічний зв'язок (іонний та молекулярний) – волога входить до складу хімічної сполуки, її важко витягти з матеріалу та видалається вона прожарюванням або у результаті проведення хімічної реакції.

2. Фізико-хімічний зв'язок (адсорбційний та осмотичний) – волога утримується у мікропорах матеріалу за рахунок дії сил адсорбції (адсорбційна) або проникає всередину клітин матеріалу внаслідок дифузії (осмотична), витягається значно важче та може бути вилучена різноманітними методами сушіння.

3. Фізико-механічний зв'язок – волога утримується на поверхні матеріалу та в його

макропорах за рахунок сил взаємодії між молекулами рідини, таку вологу простіше за все витягти з матеріалу шляхом його віджимання або пресування.

З фізичної точки зору сушіння є процесом спільного тепломасопереносу і зводиться до перерозподілу і переміщення вологи під впливом теплоти з глибини матеріалу до його поверхні і подальшого її випаровування. У процесі сушіння вологе тіло прагне до стану рівноваги з навколишнім парогазовим середовищем, тому його температура t_1 і вологовміст w_i^0 в загальному випадку є функцією часу (τ) і координат (x, y, z):

$$t_1 = \int_1(x, y, z, \tau), \quad (1) \quad w_i^0 = \int_1(x, y, z, \tau). \quad (2)$$

Під вологовмістом w^0 розуміють відношення маси вологи W яка міститься в тілі, до маси абсолютно сухого тіла G_c :

$$w^0 = \frac{W}{G_c}.$$

У практиці використовують і поняття вологості w (у зв'язку з тим що зазвичай видаляється не вся волога):

$$w = \frac{W}{(G_c + W)} = \frac{w^0}{(1 + w^0)}.$$

При малих значеннях вологовмісту $w^0 \ll 1$ величина $1 + w^0 \approx 1$ і величини w і w^0 практично не розрізняються. Залежністю температури вологого тіла від часу можна знехтувати, якщо вона стає рівноважною швидше, ніж вологовміст.

Рівняння (1) і (2) описують динаміку нагріву і сушіння тіла. Їх рішення (у конкретних формах) дають інформацію про профілі температур і вологовмісту. Що стосується кінетики процесу, то вона характеризується зміною середніх за обсягом вологовмістів \bar{w}^0 і температур \bar{t} :

$$\bar{w}^0 = \iiint_V \int_3(x, y, z, \tau) dx dy dz, \quad (3) \quad \bar{t} = \iiint_V \int_4(x, y, z, \tau) dx dy dz. \quad (4)$$

При цьому під інтенсивністю сушіння розуміють її швидкість - $\frac{d\bar{w}^0}{d\tau}$, яка в міру наближення до стану рівноваги зменшується (надалі знак мінус перед похідною $\frac{d\bar{w}^0}{d\tau}$ опускається). Швидкість процесу є функцією ряду факторів, і в першу чергу внутрішньої структури матеріалу і його теплофізичних властивостей, розмірів, форми і стану зовнішньої поверхні.

За способом підведення теплоти розрізняють:

конвективне сушіння, проводиться шляхом безпосереднього контакту матеріалу і сушильного агента. Підведення теплоти здійснюється газовою фазою (повітря або суміш повітря з продуктами згоряння палива), яка в процесі сушіння охолоджується з збільшенням свого вмісту вологи;

контактне (кондуктивне) сушіння яке реалізується шляхом передачі теплоти від теплоносія до матеріалу через стінку, яка їх розділяє;

радіаційне сушіння - шляхом передачі теплоти інфрачервоним випромінюванням;

сублімаційне сушіння, при якій волога видаляється з матеріалу в замороженому стані (зазвичай у вакуумі);

діелектричне сушіння, при якій матеріал висушується в полі струмів високої частоти.

Слід відмітити, що при будь-якому способі організації процесу матеріал знаходиться в контакт з вологим газом. Тому доцільно розглянути фізичні властивості вологого газу. У більшості випадків видаленню з матеріалу підлягає вода, тому зазвичай розглядають систему сухе повітря-пари води.

Рушійна сила процесу сушіння – різниця потенціалів процесу сушіння, яка

виражається такими способами:

- 1) різницею парціальних тисків парів над матеріалом p_m та у навколишньому середовищі p_n :
 $\Delta p = p_m - p_n$;
- 2) різницею вологовмістів газу (повітря) у стані насичення x_n та за даних умов: $\Delta x = x_n - x$;
- 3) різницею температур сухого t_c та мокрого термометрів t_{mt} (потенціал сушіння): $\Delta t = t_c - t_{mt}$;
- 4) різницею рівноважної та робочої концентрацій парів вологи у сушильному агенті: $\Delta C = C^* - C$;
- 5) різницею абсолютної робочої та рівноважної вологостей матеріалу: $\Delta \omega = \omega_a - \omega_a^*$.

Схеми сушіння.

При сушінні за основним (або простим) сушильним процесом в сушарці створюються досить жорсткі умови сушіння, оскільки вся теплота, необхідна для випаровування вологи з матеріалу, підводиться до сушильного агента в зовнішньому калорифері одноразово і матеріал нагрівається відразу до температури її сушіння, яка часто є гранично допустимою для висушування. Якщо ця температура буде перевищена, то можливе розкладання матеріалу або погіршення його якості.

Для того щоб створити більш м'які умови сушіння, процес проводять при більш низьких температурах і досить вологому повітрі. До таких видів організації сушильного процесу відноситься сушіння з багаторазовим проміжним нагріванням повітря, сушіння з частковим поверненням відпрацьованого повітря тощо.

Сушка з багаторазовим проміжним підігрівом повітря (рис. 15). Зазвичай при розрахунку таких сушарок задаються верхні і нижні межі температур повітря t_1 та t_2 . Для спрощення будемо розглядати процес в теоретичній сушарці. Сушарка, яка працює по розглянутій схемі, складається з декількох зон (рис. 15,а), в кожній з яких встановлюється калорифер. Спочатку звичайним шляхом визначається точка А, потім повітря нагрівається в калорифері 1 від t_0 та t_1 і після цього надходить у зону I, де, взаємодіючи з матеріалом, охолоджується до температури t_2 . Далі повітря надходить в калорифер 2, нагрівається до температури t_1 і надходить у зону II, пройшовши яку, охолоджується до температури t_2 , і т.д. Кінцеві параметри повітря характеризуються точкою С (рис. 15,б).

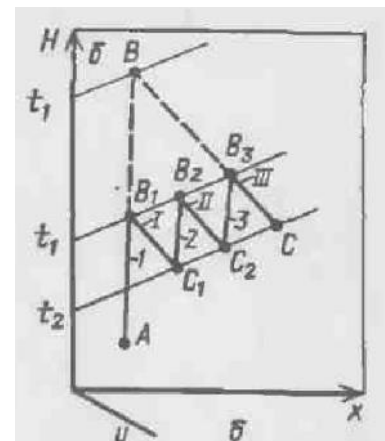
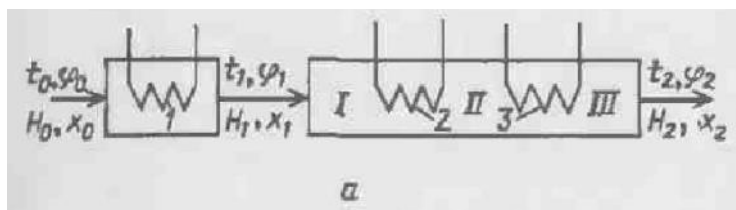


Рис. 15. Сушка з багаторазовим проміжним підігрівом повітря:

а - принципова схема; б - зображення теоретичного процесу на діаграмі Н-х

Таким чином, повітря послідовно проходить всі зони сушіння, в кожній з яких процес сушіння здійснюється за основною схемою. Очевидно, що зміна стану повітря повинна бути ступінчастою – на діаграмі Н-х (рис. 15,б) воно зображується ламаною лінією $AB_1C_1B_2C_2B_3C$.

Відзначимо, що при проведенні аналогічного процесу в основній сушарці (тобто в

сушарці з одним калорифером) було б потрібно нагрівати повітря до температури t'_1 (точка В на рис. 15,б), суттєво більше температури t_1 . Витрати теплоти і повітря, як зазначалося вище, залежать від початкових (точка А) і кінцевих (точка С) параметрів повітря.

Сушка з частковим поверненням відпрацьованого повітря (рис. 16, а). При сушінні за цією схемою вихідне повітря попередньо змішується з частиною відпрацьованого повітря. При змішуванні L_0 (в кг/год) свіжого і L_2 (в кг/год) відпрацьованого повітря (з відомими параметрами x_0, H_0 і x_2, H_2) параметри суміші (X_{CM} і H_{CM}) можна визначити користуючись правилом адитивності:

$$X_{CM} = (L_0 x_0 + L_2 x_2) / (L_0 + L_2) \quad H_{CM} = (L_0 H_0 + L_2 H_2) / (L_0 + L_2).$$

Розділивши чисельник і знаменник правої частини цих рівнянь на L_0 знайдемо

$$X_{CM} = [x_0 + (L_2/L_0)x_2] / (1 + L_2/L_0) = (x_0 + nx_2) / (1 + n). \quad (5)$$

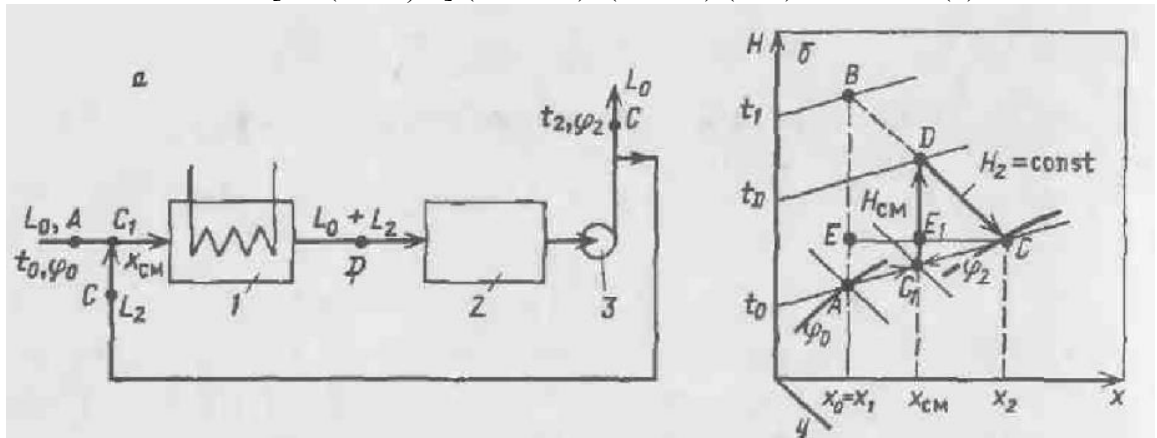


Рис. 16. Сушка з частковим поверненням відпрацьованого повітря:

а - принципова схема (1 - калорифер; 2 - сушильна камера; 3 - вентилятор), б - зображення процесу на діаграмі Н-х і

$$H_{CM} = [H_0 + (L_2/L_0)H_2] / [(1 + L_2/L_0)H_2] = (H_0 + nH_2) / (1 + n), \quad (6)$$

де $n = L_2/L_0$ кратність змішування (циркуляції).

З рівнянь (5) і (6) знаходимо вирази для визначення величини n

$$n = (X_{CM} - x_0) / (x_2 - X_{CM}), \quad (7) \quad n = (H_{CM} - H_0) / (H_2 - H_{CM}), \quad (8)$$

тоді

$$(X_{CM} - x_0) / (x_2 - X_{CM}) = (H_{CM} - H_0) / (H_2 - H_{CM}), \quad (9)$$

Рівняння (9) на діаграмі Н-х (див. рис. 16,б) буде прямою лінією АС, що проходить через точки, які характеризують стан суміші свіжого і циркулюючого повітря. Точка C_1 , відповідає складу суміші, ділить цю пряму на відрізки, що знаходяться у відношенні $L_2/L_0 = n$. Для теоретичної сушарки при заданих точках А і С та температурі сушіння t_D положення точки D знаходять по перетину лінії $H_2 = H_1 = \text{const}$ з ізотермою t_D . Потім проводять вертикаль з точки D до перетину з прямою АС і знаходять точку C_1 , що характеризує параметри суміші. Якщо задані точки А і С і кратність циркуляції n , то, з'єднавши точки А і C_1 прямою, знаходять положення точки C_1 , яка ділить пряму АС у відношенні $AC_1/C_1C = L_2/L_0 = n$. З точки C_1 проводять лінію $x_{CM} = \text{const}$ до перетину з лінією $H_2 = H_1 = \text{const}$. Точка перетину D характеризує склад повітря на вході в сушильну камеру, а ізотерма t_D – температуру нагрівання суміші свіжого і циркуляційного повітря.

Питома витрата свіжого повітря для розглянутого процесу (рис. 16,б) складе

$$l_0 = 1 / (x_2 - x_0),$$

тобто аналогічний питомій витраті повітря для основної сушарки. Питома витрата повітряної суміші l_{CM} , відповідає точці C_1 (в кг сухого повітря на 1 кг вологи), визначається таким чином:

$$l_{CM} = 1 / (x_2 - x_{CM}),$$

причому питома витрата циркулюючого повітря $l_2 = l_{CM} - l_0$. Далі визначають величину n .

Питома витрата теплоти q_x в калорифері 1 (рис. 16, а) складе

$$q_x = l_{cm}(H_1 - H_{cm}) = (H_1 - H_{cm}) / (X_2 - X_{cm})$$

З подібності трикутників ABC і DCC₁ випливає, що DC₁/CE₁ = AB / CE, тобто витрати теплоти в даній сушарці і в сушарці, що працює по основній схемі, будуть однакові (за умови тих же меж зміни стану параметрів повітря). Однак у сушарці з частковою рециркуляцією повітря забезпечуються більш м'які умови сушіння, а збільшення кількості повітря, що проходить через сушильну камеру, призводить до підвищення швидкості процесу. Разом з тим при цьому збільшуються витрати енергії на прокачування повітря і капітальні вкладення внаслідок деякого збільшення обсягу сушильної камери.

На основі цього розрізняють такі періоди проходження процесу сушіння:

1. Період прогріву матеріалу – період сушіння, при якому випаровується вільна волога, спостерігається в інтервалі від початкової температури до температури мокрого термометра. Цей етап характеризується незначною зміною вологості матеріалу та поступовим зростанням швидкості процесу.

2. Період сталої швидкості сушіння – волога за рахунок вологопровідності, обумовленої градієнтом вологи у матеріалі, надходить по капілярах з глибинних шарів до поверхні. У даному періоді відбувається випаровування вільної вологи з поверхні матеріалу внаслідок дифузії пари через приграничний шар (зовнішня дифузія). При фіксованих параметрах сушильного агента (швидкості та температури) швидкість випаровування залишається сталою $v = \text{const}$, температура дорівнює температурі мокрого термометра $t = t_{\text{мт}}$. Кінцю даного періоду сушіння відповідає гігроскопічна точка та відповідна їй перша критична вологість $\omega_{\text{акр1}}$.

3. Період падаючої швидкості сушіння – зона випаровування вологи поступово переміщається у глибину матеріалу, та найбільш міцно зв'язана адсорбційна волога переміщається вже у порах речовини лише у вигляді пари (внутрішня дифузія). Матеріал, що висушується, перебуває у гігроскопічному стані, при якому пари вологи над його поверхнею не насичені. За рахунок зменшення поверхні випаровування швидкість сушіння поступово спадає та дорівнює нулю. Форма кривої швидкості у цьому періоді залежить від структури матеріалу, а його вологість наближається до рівноважної ω_a^* . Поверхня матеріалу, вільна від поверхневої вологи, поступово нагрівається та у кінці періоду її температура дорівнює температурі сушильного агента.

Кристалізація.

Кристалізацією називають процес утворення твердої фази у вигляді кристалів з розчину і розплавів, а також з газів і парів. Отримання великої кількості кристалів у промисловому масштабі називають масовою кристалізацією. У результаті проведення масової кристалізації отримують сипучий продукт - кристали різного розміру.

Для кожної речовини геометрична форма кристалів специфічна. Всього відомо 32 види симетрії кристалів, які згруповані в 7 кристалографічних форм (сингоній) – кубічну, тригональну, тетрагональну, гексагональну, ромбічну, моноклінну, триклінну.

Процес кристалізації відбувається тільки в тому випадку, коли вихідна фаза знаходиться в стані пересичення або переохолодження. Пересиченими називають такі розчини, в яких концентрація розчиненої речовини вище його розчинності. Оскільки пересичені розчини нестійкі, то з них виділяється надлишкова кількість розчиненої речовини, тобто відбувається процес кристалізації. Після припинення виділення кристалів розчин стає насиченим. Такий розчин називають маточним, для відділення якого від твердої фази використовують відстоювання, фільтрування, центрифугування та ін.

Кристалізація складається з двох основних стадій – утворення зародків кристалів і росту кристалів, причому обидві ці стадії зазвичай протікають одночасно. Якщо швидкість утворення зародків кристалів більша швидкості їх зростання, то виходить велика кількість дрібних кристалів. Якщо ж швидкість появи зародків кристалів менша швидкості їх

зростання, то утворюються кристали великих розмірів, але в меншій кількості.

Початок утворення зародків кристалів відбувається не у всьому обсязі розчину або розплаву, а в так званих центрах кристалізації, якими можуть бути, наприклад, різні механічні домішки; вони можуть виникати під впливом шорсткості стінок апарату та інших випадкових факторів. Для прискорення і рівномірного утворення зародків у всьому обсязі розчину або розплаву в апарат подають затравку – дрібні частинки речовини, що кристалізується, які і є зародками кристалів. Якщо потрібно отримати кристали великих розмірів, то число затравочних кристалів має бути невелике.

Найбільшого поширення в техніці та лабораторній практиці отримала кристалізація з розчинів і розплавів. Кристалізація з розчинів застосовується в основному для очищення і розділення неорганічних речовин. При цьому процес протікає при значно нижчих температурах, ніж при кристалізації розплавів тих же речовин. Кристалізація з розчинів є процесом, зворотним розчиненню, тому тепловий ефект кристалізації дорівнює за величиною і протилежний знаку тепловому ефекту розчинення. Це означає, що речовини, розчиняються з поглинанням теплоти, кристалізуються з виділенням теплоти, і навпаки. Іноді ці ефекти через побічні явища (утворення кристалогідратів та ін.) не рівні.

У промисловості використовують два основні методи кристалізації: ізотермічний, в якому перенасичення розчину досягається видаленням частини розчинника шляхом випаровування при постійній концентрації (температура постійна), і ізогідричний, при якому пересичення розчину досягається охолодженням при збереженні маси розчинника, на що вказує назва цього методу.

Ізотермічна кристалізація використовується для розчинів, у яких розчинність або слабо збільшується з ростом температури, або зменшується. У цьому випадку охолодження не дозволяє досягти потрібного ступеня перенасичення.

Ізогідричний метод використовується у випадку сильного зростання розчинності при збільшенні температури. У промисловості також використовується комбінація цих методів – кристалізація під вакуумом, при якій одночасно відбуваються відгонка розчинника і зниження температури.

Крім розглянутих основних методів кристалізації в промисловості застосовують також висолування, при якому в розчин вводять добавки (солі, кислоти та ін.), що знижують розчинність.

Розглянуті вище приклади кристалізації включають лише фізичні процеси утворення кристалічної фази. Кристалізацію з хімічною реакцією називають адуктивною. При цьому в розчин додають реагент, який утворює з виділеною речовиною комплексне з'єднання – аддукт. Отримане комплексне кристалічне з'єднання відокремлюють від розчину, наприклад фільтруванням, і потім піддають термічному розкладанню, при якому цільовий продукт відділяється від комплексоутворювача.

Кристалізацію можна проводити періодично або неперервно. Періодичну кристалізацію використовують зазвичай в установках малої продуктивності. У великотоннажних виробництвах, як правило, застосовують безперервну кристалізацію.

Процес кристалізації в промислових умовах включає в себе зазвичай кілька послідовних стадій: підготовку розчину (доведення розчину до стану пересичення), кристалізацію, відділення кристалів від маточника, промивку кристалів і їх сушку.

Швидкість кристалізації залежить від низки факторів: ступеня пересичення розчину, інтенсивності перемішування, наявності домішок та фізичних полів (магнітне, електричне, ультразвукове). Кристалізація починається із зародків (центрів кристалізації), навколо яких відбувається ріст кристалів. Швидкість утворення зародків залежить від температури та пересичення розчину, механічних впливів (перемішування, струшування), ступеня шорсткості поверхонь, типу пристроїв, що перемішують. З підвищенням

температури швидкість росту кристалів збільшується, оскільки при цьому прискорюється дифузія, полегшується підведення з розчину нових молекул речовини, з яких складається структура кристалів.

Чистота одержуваних кристалів залежить від низки факторів, у тому числі від розмірів кристалів. Дрібні кристали мають більшу зовнішню поверхню, на якій затримується матковий розчин, та, отже, продукт у цьому випадку містить більше домішок, ніж при утворенні великих кристалів. Однак і великі кристали можуть містити включення розчину в тріщинах, порожнинах або адсорбувати його гранями. При одержанні особливо чистих речовин їх піддають перекристалізації.

Конструкції і розрахунок кристалізаторів.

Кристалізатори – апарати для проведення процесів кристалізації.

За умовою утворення і росту кристалів кристалізатори підрозділяють на наступні основні типи: 1) поверхневі, в яких утворення і зростання кристалів відбуваються на поверхні, яка охолоджується; 2) об'ємні, в яких утворення і зростання кристалів відбуваються у всьому обсязі апарата; 3) змішаного типу, в яких утворення і зростання кристалів відбуваються і на поверхні, яка охолоджується і в об'ємі апарату.

Об'ємні кристалізатори, в свою чергу, поділяють на прямоточні (в цих апаратах розчин і кристали рухаються прямою течією), ємнісні (в цих апаратах за допомогою мішалок відбувається повне перемішування системи) і циркуляційні (по гідродинамічному режиму вони займають проміжне положення між прямоструминними і ємнісними). Циркуляційні кристалізатори внаслідок досить великої їх питомої продуктивності і високої якості одержуваних у них кристалів знаходять широке поширення в техніці.

За типом створення умов пересичення кристалізатори можна поділити на три групи: 1) ізогідричні; 2) вакуумні і 3) випарні.

Поверхневі кристалізатори. На рис. 17 представлена схема пристрою ізогідричного поверхневого вальцьового кристалізатора, який зазвичай використовується для кристалізації солей у яких істотно знижується розчинність при зниженні температури.

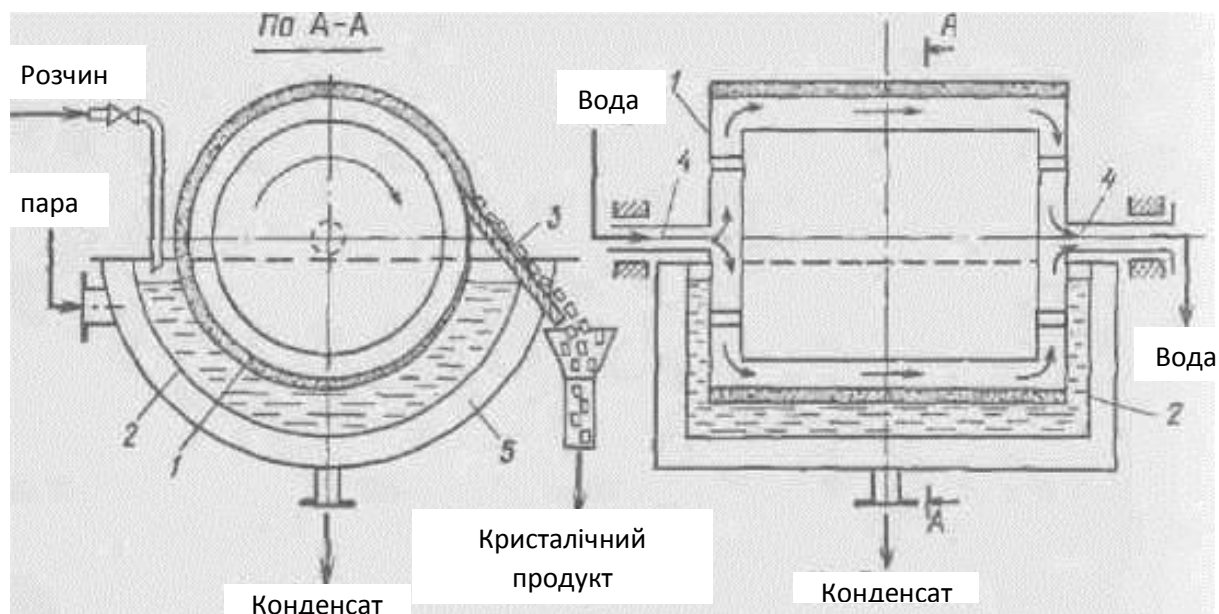


Рис. 17. Схема пристрою вальцьового кристалізатора:

1 - барабан; 2 - корито; 3 - ніж для знімання кристалів; 4 - порожнисті вали; 5 - парова сорочка.

Апарат являє собою горизонтальний обертовий барабан 1 з водяною сорочкою,

занурений в корито 2 з розчинів. Щоб уникнути передчасної кристалізації корито забезпечено паровою сорочкою 5 для нагрівання розчину. За один оборот барабана (зі швидкістю близько 0,1-1 м/с) на його поверхні утворюється шар кристалів, який знімається з барабана ножем 3.

Вальцьові кристалізатори найчастіше застосовують для кристалізації розплавів або з розчинів з невеликим вмістом маточного розчину. До недоліків кристалізаторів цього типу слід віднести дрібнокристалічність одержуваного продукту; при цьому в кристали зазвичай переходять всі домішки, які містяться у вихідному розплаві.

Для кристалізації розплавів застосовують також стрічкові кристалізатори (рис. 18).

Утворення твердого шару 4 відбувається па нескінченній стрічці 8 при охолодженні розплаву знизу через цю стрічку (якщо допустимо безпосереднє охолодження розплаву, то доцільно використовувати цей метод охолодження). Розплав на стрічку можна подавати різним способом: суцільним шаром, смугами і т. п. Для очищення стрічки від залишків кристалів (після видалення основної маси кристалів у бункер 6) застосовують металеві щітки 7.

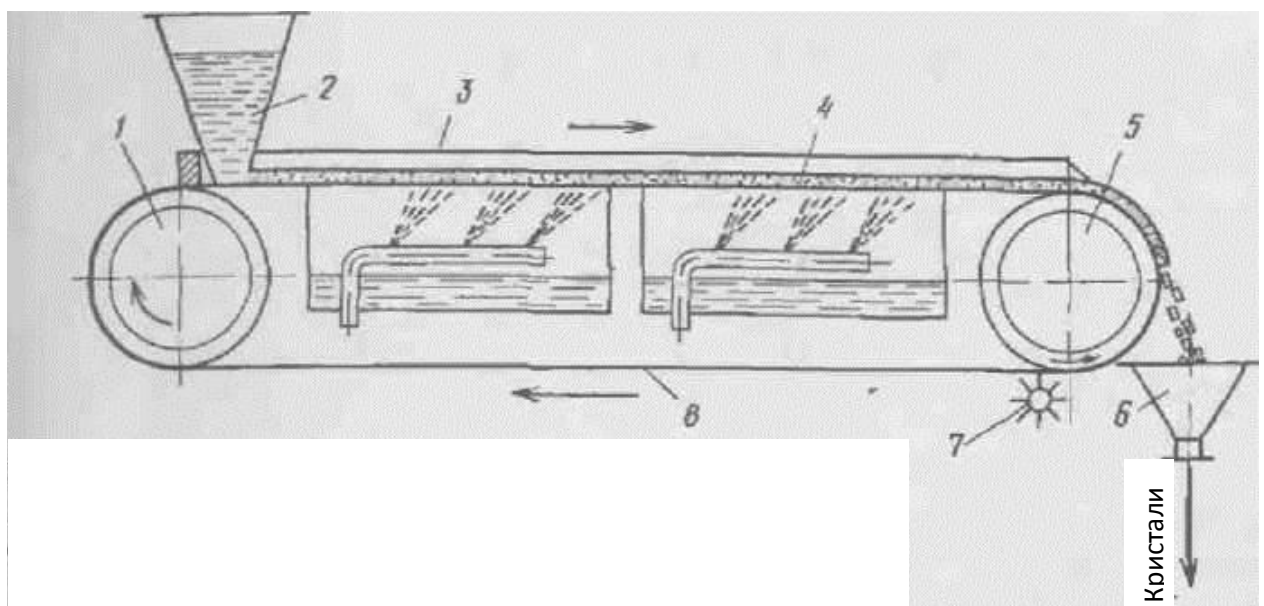


Рис. 18. Стрічковий кристалізатор:

1,5 - барабан; 2 - бункер; 3 - бортик; 4 - тверднучий шар; 6 – приймальний бункер; 7 – щітки; 8 – рухома стрічка.

Об'ємні кристалізатори. Цей тип кристалізаторів отримав найбільшого поширення в промисловості. Найбільш простим об'ємним кристалізатором періодичної дії є апарат з сорочкою і мішалкою (рис. 19).

Щоб уникнути інтенсивної інкрустації внутрішньої поверхні апарату різниця температур розчину і охолоджуючої води (розсолу) повинна бути невеликою [$\approx 8-10^\circ\text{C}$ ($281-283\text{ K}$)]. З цією ж метою охолоджуючу воду в сорочку 2 подають після заповнення корпусу

1 апарату розчином і утворення перших зародків кристалів. Після закінчення процесу кристалізації утворену суспензію вивантажують і розділяють на фільтрах або центрифугах з отриманням кристалічної речовини і виділенням маточного розчину.

Для збільшення часу перебування розчину ці апарати часто з'єднують послідовним каскадом.

До об'ємних кристалізаторів з випарним охолодженням відноситься неперервно діючий хитний кристалізатор (рис. 20).

Кристалізатор являє собою достатньо довге (10-15 м) відкрите корито 1 на бандажах 3, що спираються на ролики 2.

Корито встановлюють з невеликим нахилом уздовж його поздовжньої осі. За допомогою спеціального приводу (на рис. 20 привід не показаний) корито повільно гойдається на опорних роликах. Охолодження розчину здійснюється за рахунок теплообміну з навколишнім середовищем. Цей процес малоінтенсивний. Повільний рух та охолодження розчину тягне за собою зниження швидкості утворення зародків, що призводить до укрупнення кристалів (до 10-15 мм). При цьому кристали зазвичай мають правильну форму, оскільки вони добре омиваються розчином. У цих апаратах можливо ковзання кристалів, що супроводжується поздовжнім перемішуванням розчину, в результаті чого утворюється дрібнокристалічний продукт. Для усунення цього явища в кориті встановлюють поперечні перегородки 4.

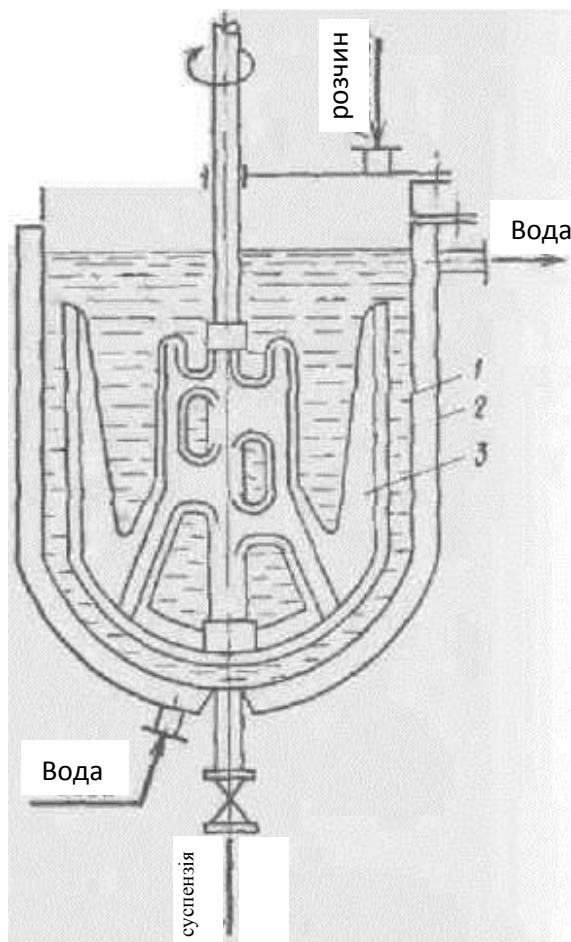


Рис. 19. Об'ємний кристалізатор періодичної дії з мішалкою: 1 - корпус, 2 - охолоджуюча сорочка; 3 – мішалка.

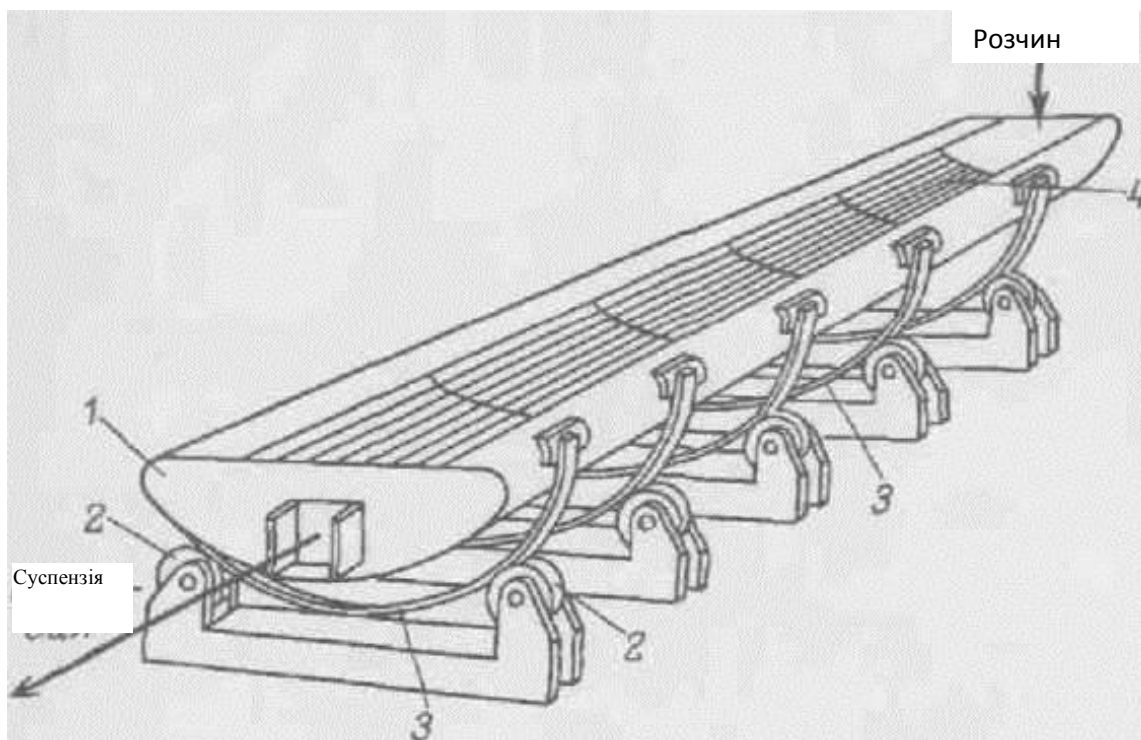


Рис. 20. Неперечно діючий хитний кристалізатор з випарним охолодженням:
 1 - корито; 2 - опорні ролики; 3 - бандажі; 4 - перегородки.

Великою перевагою хитного кристалізатора є відсутність рухомих частин розчині, завдяки чому можливий широкий вибір конструкційних матеріалів. До його недоліків слід віднести громіздкість, низьку продуктивність, можливість створення важких умов праці внаслідок випаровування розчину у виробничому приміщенні та ін.

Широке поширення в промисловості одержали різноманітні по конструкції об'ємні кристалізатори з псевдозрідженим шаром кристалів. Інтенсивне перемішування при псевдозрідженні збільшує масоперенос, що призводить до прискорення росту кристалів. Ступінь пересичення розчину при цьому досить швидко знижується. Якщо температури і гідродинамічні умови однакові, то в цьому випадку із зменшенням ступеня пересичення розчину швидкість росту кристалів збільшується швидше, ніж швидкість утворення зародків. Тому метод псевдозрідження застосовують для кристалізації відносно слабо пересичених розчинів поблизу границі метастабільної області. При цьому необхідно регулювати ступінь пересичення, температуру, час перебування кристалів у апараті. Більш крупні кристали швидше осідають на дно, а кристали менших розмірів продовжують рости в псевдозрідженому шарі. Таким чином у кристалізаторах з псевдозрідженим шаром кристалів можливе регулювання їх розмірів

Кристалізацію в псевдозрідженому шарі можна проводити ізогідрично або з видаленням частини розчинника випаровуванням (ізотермічно).

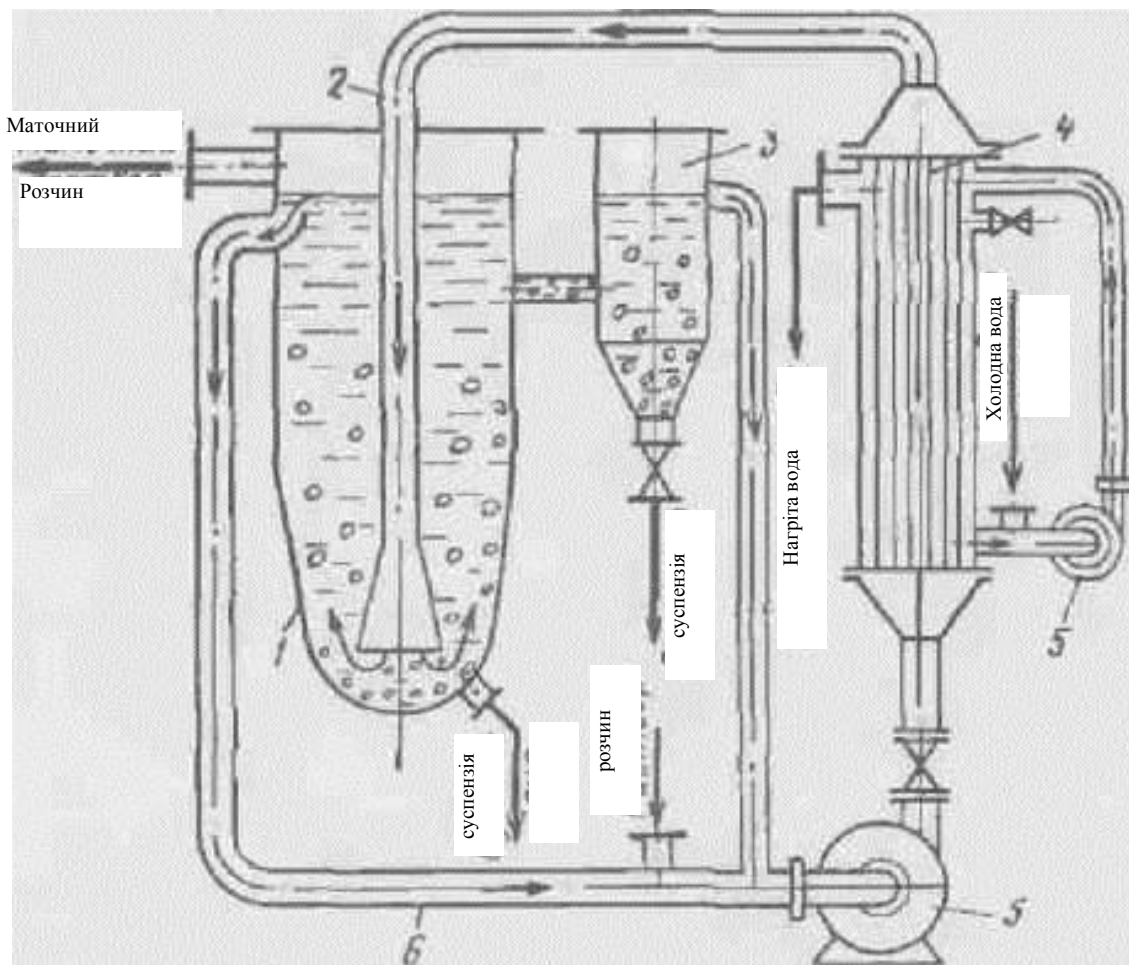


Рис. 21. Ізогідричний кристалізатор з псевдозрідженим шаром кристалів:
 1 - корпус; 2 - центральна труба; 3 - відстійник; 4 - холодильник. 5 - насоси; 6 - циркуляційна труба.

На рис. 21 показана схема пристрою ізогідричного кристалізатора безперервної дії з псевдозрідженим шаром кристалів. Вихідний гарячий розчин надходить у всмоктувальну циркуляційну трубу 6, де змішується з маточним розчином, який циркулює по замкнутому контуру. У холодильнику 4 розчин, охолоджуючись, стає пересиченим. При надходженні розчину в корпусі 1 відбувається випадання кристалів, їх зростання в псевдозрідженому шарі розчину, який рухається знизу вгору. Внаслідок випадання кристалів пересичення розчину знижується. Суспензію, що включає досить великі кристали, безперервно виводять з нижньої частини апарату, а періодично - з відстійника 3.

Вакуум-випарної кристалізатор з псевдозрідженим шаром кристалів (рис. 22) застосовують для кристалізації розчинів солей, розчинність яких мало змінюється зі зміною температури. У цих апаратах видалення частини розчинника відбувається внаслідок випаровування розчину. Конструкції таких кристалізаторів аналогічні конструкціям випарних апаратів. Вихідний розчин надходить у циркуляційну трубу 3 і разом з маточним розчином в теплообмінник 5, нагрівається до кипіння і потрапляє в розширювальну частину труби 7, де відбувається інтенсивне скипання. Пересичений розчин потім по трубі 2 опускається в нижню частину апарату 1, в якому у підвішеному стані відбувається утворення і зростання кристалів. Більш крупні кристали відводяться з нижньої частини апарату разом з частиною маточного розчину, а періодично - з відстійника 6.

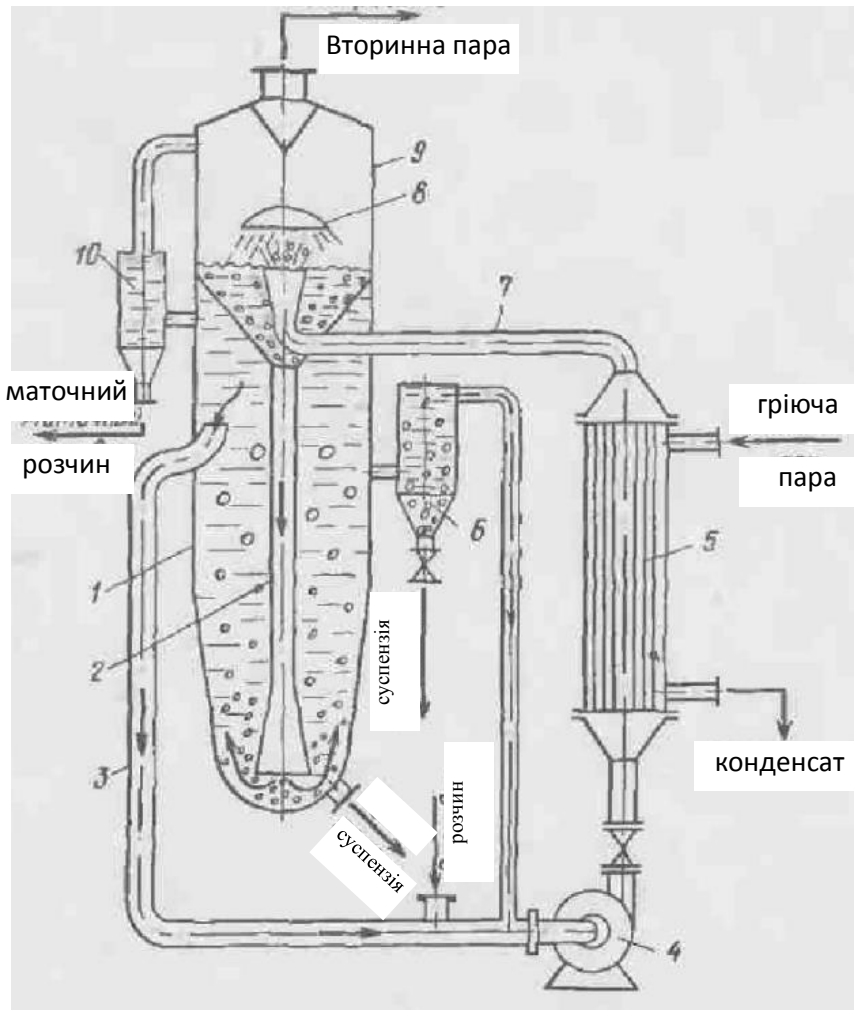


Рис. 22. Вакуум-випарний кристалізатор з псевдозрідженим шаром кристалів:
 1 - корпус; 2, 3, 7- циркуляційні труби, 4 - насос, 5 - теплообмінник, 6 - відстійник, 8 - відбійник; 9- сепаратор; 10-ємність для збору маточного розчину.

Поверхнево-об'ємні кристалізатори. До цього типу апаратів можна віднести барабанні кристалізатори з повітряним охолодженням (рис. 23).

Корпус кристалізатора являє собою злегка похилий, що обертається від приводу 2 барабан 1 з бандажми 3. Гарячий розчин надходить у верхній кінець барабана, безперервно перемішується і охолоджується повітрям, рухомим протитоком по відношенню до руху розчину. Утворені на внутрішній поверхні кристали (інкрустація) не впливають на продуктивність кристалізатора, оскільки охолодження розчину здійснюється при безпосередньому його контакті з повітрям. Для усунення інкрустації всередині барабана на всю його довжину монтують рухливі ланцюги, які при обертанні барабана збивають інкрустацію, а утворені при цьому кристали змішуються з основною їх масою в барабані.

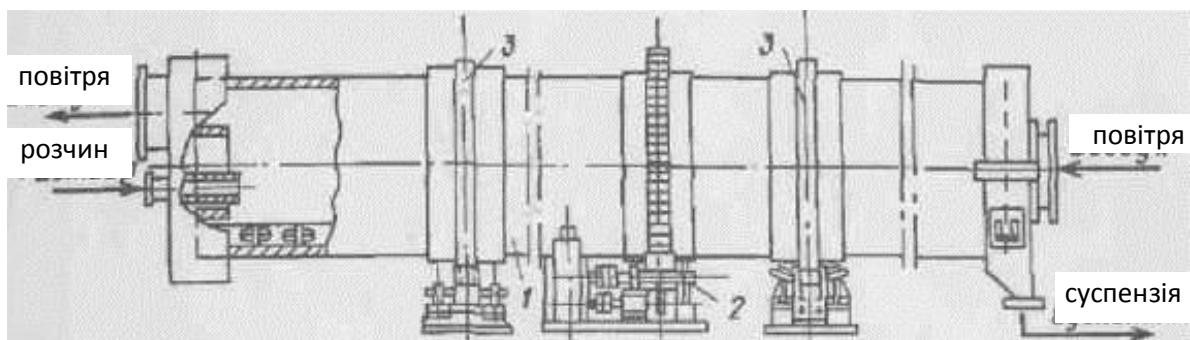


Рис. 23. Барабанний кристалізатор з повітряним випарним охолодженням:

1 - обертовий барабан; 2 - привід; 3 – бандажі.

Метою розрахунку процесу кристалізації є складання матеріального балансу з подальшим визначенням необхідної кількості вихідного розчину та доборою об'єму апарата, теплового балансу, з якого визначають необхідну кількість охолоджувального агента, теплове навантаження апарата з подальшим визначенням з рівняння теплопередачі часу стадії охолодження.

Матеріальний баланс кристалізації

$$G_1 = G_2 + G_{кр},$$

де G_1, G_2 – витрати вихідного та маточного розчинів, кг/с; $G_{кр}$ – вихід кристалів, кг/с.

Вихід кристалів розраховується за формулою

$$G_{кр} = G_1(B_1 - B_2)/(B_{кр} - B_2),$$

де B_1, B_2 – концентрація вихідного та маточного розчинів; $B_{кр}$ – концентрація сухої речовини у кристалах, що випали.

Тепловий баланс кристалізації

$$Q = Q_1 + Q_{кр} = Q_2 + Q_3 + Q_4 + Q_5,$$

де $Q_1 = G_1 c_1 t_{1н}$ – теплота, внесена з вихідним розчином, Вт; G_1 – витрата вихідного розчину, кг/с; c_1 – теплоємність вихідного розчину, Дж/(кг·К); $t_{1н}$ – температура вихідного розчину, °С; $Q_{кр} = G_{кр} q_{кр}$ – теплота кристалізації, Вт; $Q_2 = G_2 c_2 t_{1к}$ – теплота, що іде з маточним розчином, Вт; G_2 – витрата маточного розчину, кг/с; c_2 – теплоємність маточного розчину, Дж/(кг·К); $t_{1к}$ – температура маточного розчину та кристалів, °С; $Q_3 = G_{кр} c_{кр} t_{кр}$ – теплота, що іде з кристалами, Вт; $G_{кр}$ – витрата кристалів, кг/с; $c_{кр}$ – теплоємність кристалів, Дж/(кг·К); $t_{кр}$ – кінцева температура кристалів, °С; $Q_4 = G_b c_b (t_{2к} - t_{2н})$ – теплота, що віднімається охолоджувальним агентом, Вт; G_b – витрата охолоджувального агента (води), кг/с; c_b – теплоємність охолоджувального агента (води), Дж/(кг·К); $t_{2н}, t_{2к}$ – початкова та кінцева температури охолоджувального агента, °С; Q_5 – теплота, що втрачається у навколишнє середовище, Вт.

Теплота кристалізації $q_{кр}$ за законом Гесса дорівнює сумі теплот утворення одержуваних продуктів q_c мінус сума теплот утворення вихідних продуктів q_a, q_b :

$$q_{кр} = q_c - q_a - q_b.$$

Час процесу охолодження

$$\tau = Q/KF\Delta t_{ср},$$

де K – коефіцієнт теплопередачі, Вт/(м²·К); F – поверхня апарата, м²; $\Delta t_{ср}$ – середня різниця температур для процесу охолодження.

Висновки

1. Процес екстракції використовується в хімічній, нафтохімічній, фармацевтичній, гідрометалургійній та інших галузях промисловості, при отриманні рідкоземельних і розсіяних елементів, з метою виділення цінних або токсичних речовин з розчинів, в тому числі і з стічних вод підприємств.
2. Найважливішим показником екстракції є коефіцієнт розподілу.
3. У промисловості найбільш поширена безперервна протиточна екстракція.
4. Сушіння як правило використовують в кінці технологічного процесу для надання продукції певних якостей.
5. Кристалізація широко застосовується у хімічній, нафтохімічній, металургійній, медичній, харчовій та інших галузях промисловості для вирішення наступних завдань: виділення кристалічної фази з розчинів і розплавів, розділення сумішей при

одноразовій або багаторазовій частковій кристалізації, глибокого очищення речовин від домішок, вирощування монокристалів.

Література

1. Общий курс процессов и аппаратов химической технологии : учебник : в 2 кн. / В. Г. Айнштейн, М. К. Захаров, Г. А. Носов и др.; под ред. В. Г. Айнштейна. – М. : Логос; Высш. шк., 2002. – Кн. 1. – 912 с.
2. Общий курс процессов и аппаратов химической технологии : учебник : в 2 кн. / В. Г. Айнштейн, М. К. Захаров, Г. А. Носов и др.; под ред. В. Г. Айнштейна. – М. : Логос; Высш. шк., 2002. – Кн. 2. – 872 с.
3. Дытнерский Ю. И. Процессы и аппараты химической технологии : учебник для вузов : в 2 кн. Кн. 1. Теоретические основы процессов химической технологии. Гидромеханические и тепловые процессы и аппараты / Ю. И. Дытнерский. – 2-е изд. – М. : Химия, 1995. – 400 с.
4. Дытнерский Ю. И. Процессы и аппараты химической технологии : учебник для вузов : в 2 кн. Кн. 2. Массообменные процессы и аппараты / Ю. И. Дытнерский. – 2-е изд. – М. : Химия, 1995. – 368 с.
5. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии : учебник для вузов / А. Г. Касаткин. – 10-е изд., стереотипное, доработанное, перепеч. с изд. 1973 г. – М. : ООО ТИД "Альянс", 2004. – 753 с.
6. Борисов Г. С. Основные процессы и аппараты химической технологии : пособие по проектированию / Г. С. Борисов, В. П. Брыков, Ю. И. Дытнерский; под ред. Ю. И. Дытнерского. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Химия, 1991. – 496 с.
7. Гельперин Н. И. Основные процессы и аппараты химической технологии : в двух книгах / Н. И. Гельперин. – М. : Химия, 1981. – 812 с.
8. Врагов А. П. Гідромеханічні процеси та обладнання хімічних і нафтопереробних виробництв : навчальний посібник / А. П. Врагов. – Суми : Алан-Екс, 2003. – 232 с.
9. Врагов А. П. Теплообмінні процеси та обладнання хімічних і газонафтопереробних виробництв : навчальний посібник / А. П. Врагов. – Суми : Вид-во СумДУ, 2006. – 262 с.
10. Врагов А. П. Массообмінні процеси та обладнання хімічних і газонафтопереробних виробництв : навчальний посібник / А. П. Врагов. – Суми : ВТД "Університетська книга", 2007. – 284 с.

Питання

1. Що таке екстракція?
2. Які є схеми екстракційних установок?
3. Дайте класифікацію екстракторів.
4. Переваги і недоліки екстракторів різних типів.
5. Що розуміють під коефіцієнтом розподілу екстракції?
6. Перелічіть основні способи сушіння.
7. Які існують форми зв'язку вологи з матеріалом?
8. Що таке ентальпія та вологовміст вологого повітря?
9. Дайте визначення абсолютної та відносної вологості матеріалу.
10. Перелічіть періоди проходження процесу сушіння.
11. Що таке кристалізація?
12. Переваги і недоліки кристалізації?

13. Для яких цілей кристалізація застосовується у промисловості?
14. Перелічіть основні типи промислових кристалізаторів.