

шох

АКАДЕМИЯ НАУК СССР
ОРДЕНА ЛЕНИНА ИНСТИТУТ
ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ им. Н.С.КУРНАКОВА

На правах рукописи

АРОНОВ Александр Романович

ИССЛЕДОВАНИЕ ГЛУБОКОЙ ОЧИСТКИ
ЖИДКИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ
МЕТОДОМ ТЕРМОДИФфуЗИИ

05.17.08 – Процессы и аппараты химической технологии

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 1979

Работа выполнена во Всесоюзном ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательском институте химических реактивов и особо чистых химических веществ.

Научные руководители: доктор технических наук,
профессор Рабинович Г.Д.,
кандидат технических наук
Голуб А.Б.


Официальные оппоненты: доктор технических наук
Булатов С.Н.,
кандидат химических наук
Холпанов Л.П.

Ведущее предприятие: Институт химии АН СССР
/г. Горький/

Защита диссертации состоится "17" мая 1979 г.
в 10 час. на заседании специализированного Совета К 002.7.02
по химии и технологии неорганических веществ Ордена Ленина инсти-
тута общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова АН СССР по
адресу: г. Москва, Ленинский проспект, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке института.
Автореферат разослан " " _____ 1979 г.

Ученый секретарь специализированного Совета
кандидат химических наук



В.П.Данилов

Актуальность темы. В настоящее время перспективы развития многих областей новой техники, включая атомную энергетику, полупроводниковую и квантовую электронику, метрологию и т.п. в значительной мере определяются решением проблемы получения особо чистых веществ.

Актуальность этой проблемы отражена в решении Секции химико-технологических и биологических наук Президиума АН СССР и сформулирована следующим образом: "Считать важнейшей задачей научных учреждений Академии Наук СССР и министерств, учреждения которых ведут исследования в области глубокой очистки веществ, дальнейшее расширение научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ по значительному усовершенствованию существующих и созданию новых эффективных и экономичных методов получения особо чистых веществ".

В химической технологии высокочистых веществ наибольшее распространение получили методы, основанные на фазовых превращениях, такие как ректификация и кристаллизация.

Значительно меньше внимания уделяется теории и практике методов разделения гомогенных систем с использованием термодинамически необратимых эффектов, в частности термодиффузии в жидкой фазе.

Несомненными практическими достоинствами последнего является простота конструкции и эксплуатации разделительной аппаратуры, возможность полной автоматизации всех технологических звеньев и использование низкопотенциальных источников энергии.

Практически отсутствуют работы, посвященные использованию термодиффузии в жидкой фазе для глубокой очистки веществ, хотя о перспективности решения такой задачи свидетельствуют успехи исследований по фракционированию нефтепродуктов и полимеров, рафинирование жиров, разделению изомеров, выделению биологических объектов и т.д.

Цель работы. Основная задача диссертационной работы заключалась в исследовании перспективности использования термодиффузии в жидкой фазе для глубокой очистки веществ.

Цель работы состояла в решении следующих вопросов:

1. Определении места термодиффузии в жидкой фазе среди других методов глубокой очистки веществ /сопоставление по энергетической эффективности, возможность сочетания термодиффузии с другими методами/.

2. Выбор оптимального способа нахождения величины, характеризующей элементарный эффект разделения, коэффициента S_{ore} .

Научная новизна. На основании выполненной работы можно считать установленным, что термодиффузия является перспективным методом глубокой очистки веществ, который может успешно сочетаться с другими методами, например, сорбцией и дистилляцией. Разработаны, в частности, новый термодиффузионно-дистилляционный способ глубокой очистки веществ и устройство для его осуществления.

Теоретический анализ термодинамических к.п.д. различных процессов разделения позволил выбрать критерий для определения области рационального использования термодиффузии в жидкой фазе на примере сопоставления с периодической ректификацией.

Проведено исследование по выбору оптимальных вариантов определения коэффициентов S_{ore} , которое было положено в основу предложенной методики и, соответственно, получения новой информации о значениях коэффициентов S_{ore} выбранных объектов.

Практическая значимость. В результате проведенных исследований разработаны технологические процессы разделения изомеров изоамилового спирта, 2-метилбутанола-I и 3-метил. утанола-I, методами термодиффузии и ректификации. Сопоставление этих процессов по удельным энергетическим затратам в соответствии с предложенным

критерием показало большую экономичность ректификационного метода, который в настоящее время реализован в промышленном масштабе.

Использование выделенного 2-метилбутанола-I в синтезе жидких кристаллов позволило получить экономический эффект в 20 тыс.рублей при производстве микрокалькуляторов.

Второй изомер, технология которого внедрена совместно с Всесоюзным научно-исследовательским химико-фармацевтическим институтом, находит широкое применение в производстве многих лекарственных препаратов.

Разработана также технология эталонного циклогексана, превосходящего по качеству продукцию ведущих зарубежных фирм, в частности, фирмы "Мерк", непосредственно с использованием термодиффузии в жидкой фазе.

Первая стадия технологического процесса, связанная с сорбционной очисткой циклогексана, прошла промышленное освоение в производстве растворителей для спектроскопии. Внедрение стадии термодиффузионной очистки на Харьковском заводе химических реактивов запланировано в 1979 году.

Аяробация работы. Основные результаты работы доложены на конференциях молодых специалистов и ученых ИРЕА /г.Москва, 1972, 1973 гг./, на Секции методов глубокой очистки веществ Научного Совета по химии и технологии полупроводников и высокочистых веществ АН СССР /г. Горький, 1975 г./ и на 5-ой Всесоюзной конференции по получению и анализу веществ особой чистоты /г. Горький, 1976 г./.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 6 статей и получено положительное решение по авторской заявке.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов, перечня использованной литературы

и приложения. Она изложена на 161 стр. машинописного текста, включая 41 рис. и 30 табл., библиографию /188 наименований/ и 8 стр. приложения.

Во введении отражены актуальность работы; причины, сдерживающие использование термодиффузионного метода для разделения жидких смесей; сформулированы цели и задачи исследований и изложены основные результаты работы.

Первая глава содержит аналитический обзор работ по термодиффузионному разделению жидких смесей. В ней рассмотрены вопросы физических основ и математического описания процесса, теоретические предпосылки расчета коэффициента Соре и его экспериментального определения на ящиках и термогравитационным методом, области практического применения жидкостной термодиффузии. Проанализированы различные варианты конструкций аппаратов аналитического и технологического назначения.

Во второй главе анализируются вопросы выбора области рационального использования термодиффузии в жидкой фазе для глубокой очистки веществ на примерах аналитической и технологической ректификации по энергетической эффективности.

Показано, что сопоставление конкурирующих методов при решении конкретной разделительной задачи может быть проведено по относительному термодинамическому к.п.д., равному отношению обратных величин удельных энергетических затрат.

$$\eta_{1-2} = \frac{\xi_1}{\eta_2} = \frac{W_2}{W_1} \quad /1/$$

Для периодической ректификации при глубокой очистке жидкостей характерно различие выражений R_{min} в зависимости от соотношения летучесть системы основной компонент-микроримесь. Поскольку к.п.д. процесса термодиффузии невысок целесообразно сопоставить

его с наиболее энергоемким случаем периодической ректификации - отделением легколетучей примеси.

Принимая условие многоступенчатости процесса $\alpha/q \ll 1$ / α и q - коэффициент и степень разделения/, относительный термодинамический к.п.д. термодиффузии и ректификации может быть записан:

$$\eta_{1-2} = \frac{5,71}{\beta} \cdot \frac{Sc}{Pr_2} \cdot \frac{1}{\alpha} \cdot \frac{1}{\epsilon} \cdot \frac{\alpha-1}{\alpha^2} \cdot \frac{\ln q - 1}{q}, \quad (2)$$

где $Sc = \frac{\nu}{D}$ - критерий Шмидта; $Pr_2 = \frac{\nu}{\alpha}$ - критерий Прандтля;

$\alpha = \frac{\Delta H}{cT} = \frac{\Delta H}{H}$ - критерий, учитывающий относительный вклад теплоты фазового перехода; $\epsilon = \frac{\Delta T}{T}$ - фактор, характеризующий степень термической неравновесности процесса термодиффузии; β - коэффициент избытка флегмы; ν - коэффициент кинематической вязкости; D - коэффициент диффузии; α - коэффициент температуропроводности; c - удельная теплоемкость; ΔH - теплота фазового превращения; T - средняя температура в рабочем заворе термодиффузионной колонны; α_T - термодиффузионная постоянная.

На рис. I в логарифмических координатах представлена зависимость η_{1-2} от q для ряда органических смесей при $\beta = 1,5$.

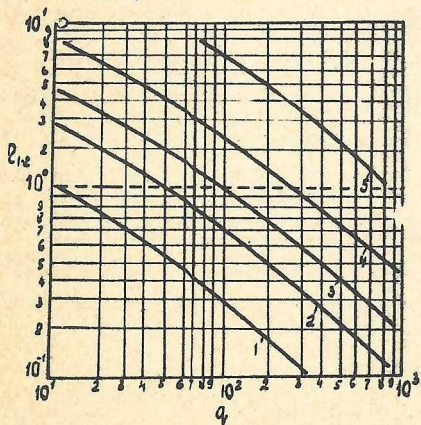


Рис. I. Зависимость относительного термодинамического к.п.д. от степени разделения.

1. $C_2H_6 - C_2H_4$; 2. $C_6H_6 - C_2H_4$;
3. $C_6H_{12} - C_2H_4$; 4. $C_6H_6 - CH_3OH$;
5. $C_6H_6 - C_2H_4$.

Пунктирная линия, отвечающая $\varphi_{1-2} = 1$, определяет равенство энергетических затрат термодиффузионного и ректификационного методов разделения. Очевидно, что в области расположенной ниже пунктирной линии, энергетически более выгодна термодиффузия, выше - ректификация. Например, для смеси бензол-четырехлористый углерод, циклогексан-четырехлористый углерод и бензол-метанол /линии 2-4/ экономически целесообразно использование технологической схемы, включающей на первой стадии /до значения $\varphi_{1-2} = 1$ / ректификацию и на заключительной стадии - термодиффузию. При больших значениях δ область использования термодиффузии расширяется.

Третья глава посвящена разработке методики определения коэффициента S_{re} и эффективных параметров аппаратуры на основании исследования моделей переходного процесса в термодиффузионных колоннах.

Повышение точности определения величины элементарного эффекта разделения, коэффициента S_{re} $S_T = \frac{\alpha_T}{T}$, относится к одной из наиболее важных задач, так как этот параметр является фундаментальным в расчетах термодиффузионной аппаратуры.

В случае разбавленных растворов наиболее целесообразным представляется использование термогравитационного метода экспериментального нахождения значения S_T по результатам разделения в переходном режиме работы колонны, закрытой с обоих концов или имеющей на одном из них резервуар бесконечно большого объема. Нестационарное поле концентраций в рассматриваемом случае выражается сложной экспоненциально-тригонометрической зависимостью и при малых временах аппроксимируется известной линейной функцией, которая для положительного конца колонны может быть записана в виде:

$$x^*(1, \theta) = 1 + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \sqrt{\theta} \quad /3/$$

с ограничением:

$$\theta \leq 0,05 Y_c^{1,82}, \quad /4/$$

где $x^*(1, \theta) = \frac{x(1, \theta)}{x_0}$ - безразмерная концентрация; x_0 - концентрация микропримеси в исходном продукте; $0 = \frac{\tau H^2}{m K}$ - безразмерное время; τ - текущее время; $H = \frac{S_1 g \rho \delta^2 (\Delta T)^2 B}{6! \rho}$ и $K = K_c + K_d + K_p$ - кинетические коэффициенты; $K_c = \frac{g^2 \beta^2 \rho^3 \delta^2 (\Delta T)^2 B}{9! \rho^2 D}$, $K_d = \delta \rho B D$,

K_p - составляющая, учитывающая вклад перемешивающих эффектов;

$m = \rho B \delta$ - масса жидкости, приходящаяся на единицу длины колонны, g - ускорение силы тяжести; β - коэффициент объемного расширения; ρ - плотность; δ - ширина разделительного зазора; B - периметр разделительного зазора; ΔT - перепад температур на рабочем зазоре; ρ - коэффициент динамической вязкости; D - коэффициент концентрационной диффузии; $Y_c = \frac{HL}{K}$ - безразмерная длина колонны; L - высота колонны.

Условие /4/ не является достаточным, так как отсутствует ограничение Y_c , тем более, что /3/ получено в предположении $Y_c \ll 3$.

С целью определения предельного значения Y_c , при котором справедлива аппроксимация /3/, на ЭЦМ ЕС-1022 были вычислены точные значения $x^*(1, \theta)$ для колонны, закрытой с обеих концов, в диапазоне θ от 0 до $\theta_{равн.}$ /время выхода на стационарный режим/ и Y_c от 0,2 до 20. Анализ полученных результатов, графическая интерпретация которых приведена на рис.2, показал, что в области значений θ , определяемых условием /4/, величина $x^*(1, \theta)$

с погрешностью до 1% не зависит от безразмерной длины до значения U_e равного 0,5, а с погрешностью 5% до $U_e \leq 1$.

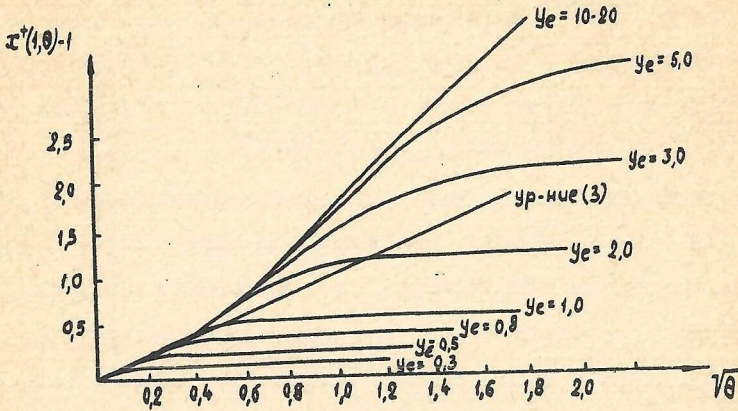


Рис. 2. Зависимость $x^*(1, \theta)$ от $\sqrt{\theta}$.

При больших значениях U_e ограничение /4/ неприменимо, но до значений $\theta = 0,05$ в диапазоне U_e 1-20 наблюдается достаточно хорошее соответствие между аппроксимацией /3/ и рассматриваемой функцией с погрешностью, не превышающей 10%.

Однако в связи с тем, что малые значения характеристического масштаба времени $\frac{mL^2}{kU_e^2}$ при $\theta = 0,05$ приводят к чрезмерно коротким, не представляющим практического интереса текущим временам $t < t_{min}$, целесообразно использовать предложенную нами дополнительную линейную аппроксимацию.

$$x^*(1, \theta) = 0,929 + 1,522 \sqrt{\theta}, \quad /5/$$

которая в интервале

$$0,0625 \leq \theta \leq 0,25 \quad \text{о} \quad /6/$$

аппроксимирует исследуемую функцию с погрешностью, не превышающей 3% /см. рис. 3/.

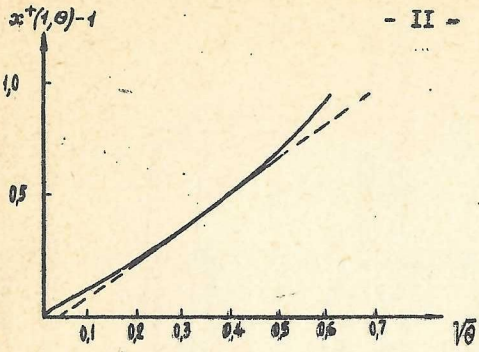


Рис. 3. Аппроксимация функции $x^*(\theta)$ зависимостью /5/.

На основании проведенного анализа разработана методика определения S_T , цель которой состоит в определении параметров одной из двух априорно постулируемых моделей, а стратегия поиска оптимального плана эксперимента заключается в нахождении области параметров, где справедлива одна из моделей, при минимизации числа экспериментальных точек /см. рис. 4/. Планирование эксперимента заключается в последовательном выполнении следующих операций:

1. Определяются концентрации у положительного конца колонны через заданный промежуток времени в предположении справедливости модели /3/ с ограничением /4/.

2. Рассчитывается Y_e первого приближения.

3. Если полученное значение Y_e удовлетворяет условию $Y_e \leq 1$, то проводится корректирующий эксперимент на правой границе интервала /4/.

4. В случае $Y_e > 1$ повторный эксперимент проводится при $\theta = 0,05$, либо в интервале времени /6/ в зависимости от величины τ_{min} . Во втором случае значение S_T находится из выражения /5/.

Аналогичный подход использован при разработке методики определения коэффициента S_{ore} на колонне с резервуаром бесконечно большого объема на одном из концов.

Предложен также метод определения эффективных параметров ко-

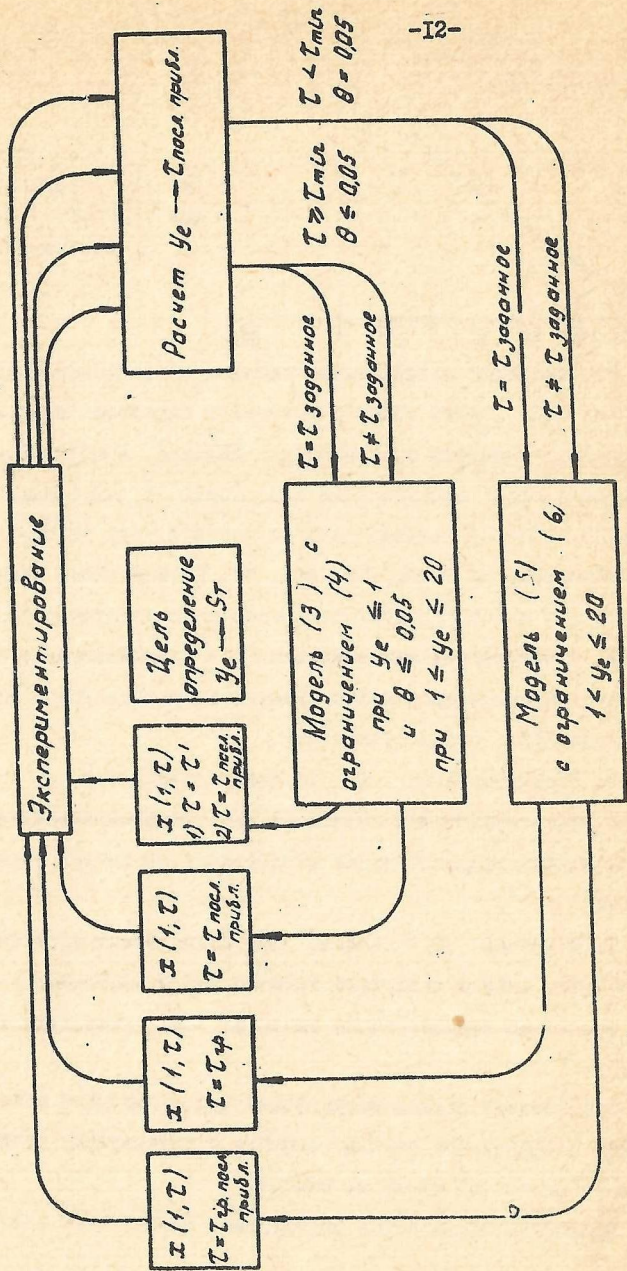


Рис. 4. Стратегия эффективного экспериментирования при определении коэффициента корреляции на условиях переходного процесса в колонне, закрытой в обоих концах.

лонны $\tilde{\delta} \equiv \frac{\delta_{эфф}}{\delta_{рас}}$ и $\tilde{K} \equiv \frac{K_p}{K_{сэфф}}$, где $\delta_{эфф}$ - средний по колонне эффективный рабочий зазор, $\delta_{рас}$ - средняя величина зазора, рассчитанная по результатам измерения зазора в нескольких сечениях; $K_{сэфф} = K_c \cdot \tilde{\delta}^2$.

Эти параметры учтены в методике определения коэффициентов Сорэ и использованы для оценки совершенства термодиффузионной аппаратуры.

В четвертой главе дается обоснование выбора экспериментальных установок и объектов исследования, описание экспериментальных установок и методик проведения эксперимента.

Показано, что с увеличением перепада температур на зазоре при постоянной средней температуре смеси бензол-гептан наблюдается рост степени разделения; предложено объяснение немоного изменения зависимости степени разделения от перепада температур, отмеченного Бегеманом и Кремером при разделении смеси цетан-декалин.

На основании экспериментов, проведенных на колонне с плоским зазором установлено, что концентрационная зависимость степени разделения системы бензол-четырехлористый углерод имеет вид параболы с минимумом в средней области концентраций. Подобная зависимость была получена также для смесей гептан-толуол и гексан-четырехлористый углерод при исследовании разделения в ячейке и измеров изоамилового спирта - на колонне с кольцевым зазором, что подтверждает результаты других исследователей и свидетельствует о перспективности использования термодиффузии для глубокой очистки веществ.

Сопоставление параметров \tilde{K} и $\tilde{\delta}$ колонн с плоским и кольцевым зазором позволили сделать вывод о более качественном выполнении последних, поэтому исследования по определению коэффи -

коэффициентов Сорэ проводились на колоннах с кольцевым зазором. Расчет

S_T для модели /3/ проводился по уравнению

$$S_T = 1,06 \frac{[x'(1,0) - 1,18] \delta_{эфф} \sqrt{1+\bar{K}}}{\Delta T} \quad /7/$$

а для модели /5/

$$S_T = 0,786 \frac{[x'(1,0) - 0,92915] \delta_{эфф} \sqrt{1+\bar{K}}}{\Delta T} \quad /8/$$

Характерно, что для указанных в табл. I смесей комплекс $\tilde{\delta}^4(1+\bar{K}) = \frac{\ln q_{рест}}{\ln q_{стац}}$ сохраняет известное постоянство для каждой колонны при различных составах исследованных смесей и фиксированных значениях ΔT и T , что свидетельствует о возможности использования в дальнейших расчетах некоторой эффективной характеристики колонны.

Сравнение значений S_T , полученных по предложенной методике при малых концентрациях тяжелого компонента с экстраполированными известными значениями свидетельствует об их удовлетворительном соответствии и, следовательно, о правомерности использования предложенной методики.

Более отчетливо этот вывод следует из практического совпадения значений коэффициента Сорэ смеси циклогексан-метилциклопентан, полученных по результатам разделения на колоннах с различными зазорами в стационарном режиме и переходных режимах при временных интервалах, соответствующих моделям /3/ и /5/ /см. табл. 2/.

Проведена оценка погрешностей определения S_T и установлено, что повышение точности его определения связано с повышением чувствительности анализа, улучшением качества изготовления аппаратуры и минимизацией объемов отбираемых на анализ проб. Дана количественная оценка влияния объема отбираемой пробы на относительную погрешность в определении концентрации.

В пятой главе изложены результаты исследований по глубокой

Таблица I

Влияние величины зазора на параметры δ и \bar{k}

№	δ расч. $\cdot 10^2$	δэфф. $\cdot 10^2$	См	Система				С ₀ доз. $\cdot 10^3$				τ	δ	κ
				С ₆ H ₆	С ₇ H ₁₆	С ₈ H ₁₈	С ₉ H ₂₀	С ₁₀ H ₂₂	С ₁₁ H ₂₄	С ₁₂ H ₂₆	С ₁₃ H ₂₈			
I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12			
1	2,62		62,8	44,1	6,76	6,52		5,0	24					
	-													
2	2,64		62,8	44,1	6,56	6,72		5,0	24					
	-													
3	2,50		62,8	50,9	7,50	6,78		5,0	28					
	2,58		0,021		2,81		2,10	0,9	0,5	1,02	5,88			
3	2,50		52,9	30,0	4,51	6,57		5,87	28					
	2,58		0,026		7,1		6,18	1,49	0,5	1,02	5,21			

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
			62,8	24,6	5,86	4,59		5,0	28		
		C_6H_6									
		C_7H_{16}									
4	$\frac{3,0}{2,97}$		0,02I		1,6I		→ 2,08I, 1,16	1,9XX)	0,5	0,99	3,78
		C_6H_6						2,0XX)			
		C_7H_{16}									
		CCl_4	52,9	14,0	3,1	4,52		5,87	28		
		C_6H_{12}									
		C_6H_6	62,8	13,1	3,02	4,34		5,0	26		
		C_7H_{16}									
5	$\frac{3,50}{3,68}$		0,02I		0,92		→ 2,15I, 1,26	1,9XX)	0,5	1,05	2,3I
		C_6H_6						2,0XX)			
		C_7H_{16}									
		C_6H_6	0,02I		0,6		→ 2,3I, 1,68	1,9XX)	0,5	1,05	2,56
		C_7H_{16}						2,0XX)			
		CCl_4	52,9	4,42	1,05	4,2I		5,7	26		
		C_6H_{12}									
		CCl_4	0,026		1,92		→ 6,40I, 1,56	5,9XX)	0,5	1,1	1,90
		C_6H_{12}						6,2XX)			

x) Стрелками показана последовательность расчета.

xx) Ст изв. - значения коэффициентов Сорэ, полученные экстраполяцией литературных данных на область микроконцентраций.

Таблица 2

Определение коэффициента Соре смеси мП-циклогексан / $\Delta T \sim 25^\circ\text{C}$, $T \approx 40^\circ\text{C}$

№ колонн	$\delta \cdot 10^2$	K	исх. конц. мП, %	$x^2(1-\theta)$	S	10^8 г. нест.	10^8 г. нест.	U_e	θ	θ	θ	пред. г. стая.	S	10^8
	эФ		% мП			град.	град.							град.
8	2,55	6,49	8,6	1,15	2,51	$\pm 0,97$		2,4	0,017			0,05		$2,82 \pm 0,74$
6	4,28	,25	5,6	1,81	2,88	$\pm 0,68$		2,7	0,072			0,25		$2,41 \pm 0,86$
				1,18	2,64	$\pm 1,26$		0,56	0,012	0,016				

очистке циклогексана, имеющие практическую направленность, так как связаны, в конечном счете, с решением одного из технологических вопросов по обеспечению аналитических служб растворителями для спектроскопии и эталонными продуктами для метрологии.

Известные способы глубокой очистки циклогексана, в частности для целей спектроскопии, сорбция и ректификация приводят к снижению содержания ароматических углеводородов, тогда как содержание метилциклопентана практически не изменяется. С этой точки зрения относительно высокие значения коэффициентов $S_{ор}$ смеси метилциклопентан-циклогексан, определенные нами для малых содержаний первого компонента, позволили сделать вывод о возможности успешного использования термодиффузии для решения данной задачи.

При реализации технологии эталонного циклогексана, учитывая, что большинство примесей легко отделяются от циклогексана сорбцией на силикагеле марки АСМ, нами была принята двухстадийная схема очистки: сорбция и термодиффузия.

Термодиффузионная очистка проводилась в каскаде /см. рис.5/, изготовленном в институте тепло- и массообмена им. А.В.Лыкова АН БССР. Колонны в каскаде соединялись последовательно термосифонами, термостатирование внутренних поверхностей осуществлялось конденсирующимся водяным паром при давлении 1,8 ата, а наружных - проточной водой. Непрерывная работа каскада обеспечивалась с помощью сильфонного подпитывающего устройства. Отбор продукта производился из нижней части последней колонны.

В результате анализа очищенного циклогексана газохроматографическим и спектральными методами было установлено, что при температуре горячей поверхности в диапазоне 90-130°C газохроматографический метод анализа не обнаруживает содержания органически при-

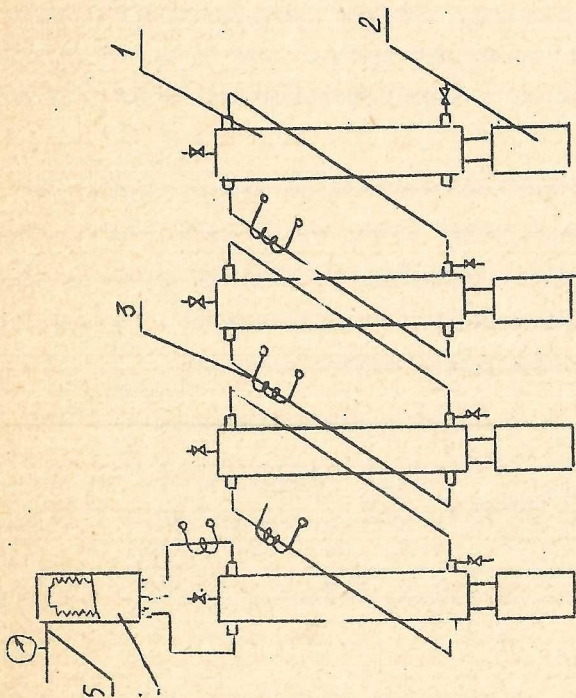


Рис. 5. Схема термодиффузионной установки.

1 - термодиффузионная колонна, 2 - парогенератор,

3 - термосифоны, 4 - подпитывающее устройство,

5 - манометр высокого давления.

месяц, тогда как при температуре выше 120°C происходит резкое снижение спектральных характеристик.

Этот эффект, с нашей точки зрения, может быть связан с образованием нехроматографируемых примесей, образующихся в результате каталитических процессов на никелевом антикоррозионном покрытии поверхностей рабочего вазора, причем их интенсивность возрастает с увеличением температуры.

Однако повышение температуры горячей поверхности, а, следовательно, перепада температур, сокращает время выхода термодиффузионной аппаратуры на стационарный режим. С этой целью были разработаны способ и устройство термодиффузионно-дистилляционной очистки циклогексана.

Качество полученного циклогексана представлено также в табл. 3, анализ которой свидетельствует о том, что последовательное использование методов сорбции и термодиффузии позволяет получить эталонный циклогексан, превосходящий по своим спектральным и хроматографическим характеристикам лучшие зарубежные образцы.

Таблица 3

Характеристики циклогексана высших квалификаций

Наименование	Осн. в. в-во, %	Влага, %	Нелет. остат. %	Пропускание в % при длинах волн /нм/				
				210	220	230	240	250
I	2	3	4	5	6	7	8	9

Стандарт для
хроматографии

"Хемапол" 99,82 0,02 0,0007 4 16 42 73 81

Спектрально
чистый, очищен-
ный сорбцией

99,94 0,005 0,0005 27 55 84 98 99

	I	2	3	4	5	6	7	8	9
Спектрально чистый фирмы "Мерк"	99,97	0,01	0,0005	15	45	75	90	98	
Циклогексан, очи- щенный сорбцией и термодиффузией /эталонный цик- логексан/	99,99	0,005	0,0005	27	55	84	98	99	

Первая стадия сорбционной очистки внедрена в промышленность на Харьковском заводе химических реактивов, которым налажен выпуск циклогексана "для спектроскопии".

Циклогексан для спектроскопии по качеству превосходит хроматографически чистый, получаемый препаративной хроматографией, а себестоимость производства последнего существенно выше, поэтому заводом принято решение о замене существующей технологии хроматографически чистого циклогексана на более экономичную.

ВЫВОДЫ

1. Выполнено исследование выбранного в качестве критерия для сопоставления двух методов по энергетической эффективности относительного термодинамического к.п.д. от определяющих факторов при сравнении термодиффузии в жидкой фазе с периодической ректификацией на примерах глубокой очистки органических веществ от более летучих примесей. Показано, что термодиффузия в ряде случаев может оказаться энергетически более выгодной или успешно использована в сочетании с другими методами.

2. Проведено исследование моделей переходного процесса в термогравитационных колоннах, на основании которого с привлечением

аппарата планирования эксперимента и вычислительной техники разработана новая методика определения коэффициентов S_{ore} .

3. Введены понятия эффективных параметров δ и K для определения совершенства термодиффузионной аппаратуры, которые характеризуют, соответственно, отклонение эффективного среднего зазора от оптимального и относительный вклад перемешивающих эффектов.

4. Экспериментально установлено, что комплекс $\delta^2(1-K)$, характеризующий качество изготовления аппаратуры, сохраняет для каждой колонны постоянство независимо от типа и состава исследованных модельных смесей при фиксированных значениях ΔT и T .

5. Определены важные для практики коэффициент S_{ore} смеси циклогексан-метилциклопентан и концентрированная зависимость S_T смесей изомеров изоамилового спирта.

6. Расчет относительного термодинамического к.п.д. позволил выбрать ректификационный метод для промышленного разделения изомеров изоамилового спирта как более экономичный.

7. Доказана перспективность глубокой очистки веществ термодиффузией в жидкой фазе. При совмещении этого процесса с сорбционным получен эталонный циклогексан, превосходящий по качеству продукты ведущих зарубежных фирм.

8. Разработан новый термодиффузионно-дистилляционный способ глубокой очистки веществ.

Основное содержание диссертации отражено в следующих работах:

- Г. А. Р. Аронов, Г. Д. Рабинович, А. Е. Годуб, Г. З. Блюм. - Сравнительная оценка использования методов термодиффузии в жидкой фазе и ректификации для глубокой очистки веществ. Химическая промышленность, 1974, № 2, с. 62-64.

2. Б.И.Николаев, А.А.Тубин, А.Р.Аронов. Применение термодиффузии для разделения жидких органических смесей. Химические реактивы и препараты. Труды ИРЕА, 1971, вып. 33, с. 255-260.
3. Б.И.Николаев, А.А.Тубин, А.В.Гуревич, А.Р.Аронов. Использование статического метода для экспериментального исследования коэффициента Соре органических смесей. Химические реактивы и препараты. Труды ИРЕА, 1971, вып. 33, с. 261-265.
4. Г.З.Блум, А.Е.Голуб, А.И.Белякова, А.Р.Аронов. Разделение близких по свойствам изомеров изоамилового спирта методами ректификации и термодиффузии. Химические реактивы и препараты. Труды ИРЕА, 1974, вып. 36, с. 51-54.
5. А.Р.Аронов, Г.Д.Рабинович, Э.В.Гошева, Г.З.Блум, Е.И.Агеев, С.М.Айзин. К вопросу об определении коэффициента Соре на колоннах. Химические реактивы и препараты. Труды ИРЕА, 1976, вып. 38, с. 90-94.
6. А.Р.Аронов, А.Е.Голуб, Г.Д.Рабинович, Г.З.Блум, Э.В.Гошева, В.И.Богомолов. Глубокая очистка циклогексана. Химическая промышленность, 1978, № 5, с. 12-15.
7. А.Р.Аронов, Г.Д.Рабинович, А.Е.Голуб, Г.З.Блум, Э.В.Гошева, Т.Б.Найда, В.И.Богомолов, Т.Г.Долженко. Способ разделения органических смесей. Положительно решение от 31.10.78 по авторскому заявке 2063091/23-26.

Основные положения диссертационной работы доложены на конференциях молодых специалистов и ученых ИРЕА /г.Москва, 1972, 1973 гг./ на Секции методов глубокой очистки веществ Научного Совета по химии и технологии полупроводников и высокочистых веществ в АН СССР /г.Горький, 1975 г./ и на 5-ой Всесоюзной конференции по получению и анализу веществ особой чистоты /г.Горький, 1976 г./.

Спринт

АРОНОВ
АЛЕКСАНДР РОМАНОВИЧ

F 08017 Подписано к печати **30.03** 79 г., формат 60x90 1/16
Объем **1** п.л., Тираж **130** экз. Заказ **57**, Бесплатно

Отпечатано ИРБА, 107258, Москва, Богородский вал, 3.