

ФИЗИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

И. С. АРТЕМОВ

**НОВЫЙ МЕТОД ВЫСОКОКАЧЕСТВЕННОЙ ДЕСТИЛЛЯЦИИ
ЖИДКОСТЕЙ**

(Представлено академиком А. Н. Фрумкиным 30 XI 1948)

Разделение бинарных и многокомпонентных жидких смесей в большинстве случаев проводят путем их выпаривания при кипении.

Очень часто процессы дестилляции при кипении жидкости осложняются высокими температурами кипения, что сопряжено с громоздкостью установки и огнеопасностью. Кроме того, процесс дестилляции при температурах кипения жидкости оказывается совершенно неприемлемым в тех случаях, когда разделяемые жидкие смеси оказываются неустойчивыми и разлагаются еще до достижения температуры их кипения. И, наконец, известно, что при лопании пузырьков жидкости при кипении образуются капли тумана, увлекаемые потоком пара и попадающие в дестиллят, вследствие чего конденсат загрязняется исходной жидкостью.

Аэрозоль образуется также, когда дестилляцию проводят при пониженных температурах смеси путем барботирования водяным паром или каким-либо газом. Поэтому в этих случаях также возможно загрязнение конденсата исходной жидкостью. Кроме того, барботирование водяным паром имеет целый ряд существенных недостатков (наличие конденсационной воды в отгоняемом продукте, что сопряжено с необходимостью сушки продукта, химическое взаимодействие водяного пара с легко гидролизующимися веществами и др.).

Испарение без кипения под вакуумом ведет к значительному усложнению дестилляционной установки.

Для избежания указанных неудобств автором статьи сконструирован дестилляционный аппарат и разработан процесс дестилляции жидкостей, в котором испарение ведется при температуре ниже точки кипения жидкости при атмосферном давлении. Необходимая же скорость испарения достигается за счет непрерывного обдувания поверхности жидкости струей очищенного воздуха. В этом случае исключается самая возможность образования маленьких капелек (аэрозоля) из дестиллируемой жидкости.

Кроме того, в рекомендуемом процессе дестилляции, вследствие совмещения функции дефлегматора с конденсатором и особого устройства перегонного аппарата с непрерывным отводом конденсата в различные сборники, дестиллируемая жидкость не обогащается высококипящим компонентом за счет обратного поступления флегмы на поверхность испарения. Указанные особенности процесса дестилляции позволяют применять его для разделения таких жидких смесей, которые разделить методом простой дестилляции практически невозможно.

Аппарат для дистилляции состоит из трех основных частей: 1) реакционного куба; 2) конденсатора, снабженного охлаждающей рубашкой; 3) сборников конденсата, изолированных от окружающей атмосферы (рис. 1, II).

Простейшая конструкция дистилляционного аппарата лабораторного образца, применяемого нами для получения чистой дистиллированной воды, схематически изображена на рис. 1, I.

Стеклоянная 5-литровая колба служит реакционным кубом А. В колбу впаяны две стеклянные трубки: 1 — для непрерывного пополнения дистиллируемой воды из холодильника и 2 — для подачи в колбу

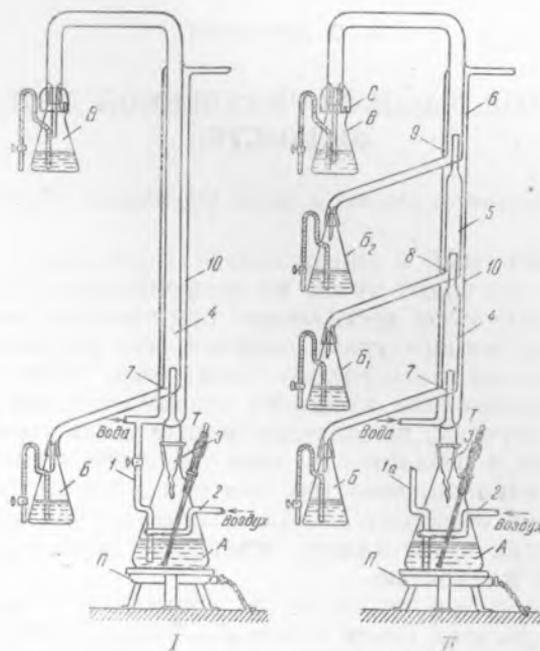


Рис. 1. Молекулярный дистилляционный аппарат. А — реакционный куб, Б, Б₁, Б₂ — приемники, В — очистительный приемник, 1 — трубка для впуска воды, 1а — трубка для впуска воздуха, 2 — трубка для впуска воздуха, 3 — дефлегматор, 4, 5, 6 — конденсаторы, 7, 8, 9 — ловушки для конденсата, 10 — охлаждающая рубашка, П — источник прогрева, Т — термометр

очищенного воздуха. Температура дистиллируемой жидкости измеряется термометром Т. В колбу А вертикально вставляется конденсатор 4, который снабжен охлаждающей рубашкой 10. К нижней части конденсатора припаивается стеклянная трубка змеевиковой формы 3, которая одним концом входит в колбу, а другим в конденсатор. Конец трубки 3, входящий в конденсатор, образует со стенками конденсатора ловушку 7 для сконденсировавшихся паров жидкости, которые стекают по стенкам конденсатора; на выходе устанавливается сосуд В, в котором улавливаются несконденсировавшиеся пары дистиллируемой жидкости в выходящей воздушной струе.

Приемники Б и сосуд В снабжаются сифонными трубками для выхода конденсата; кроме того, в сосуде В имеется отводная трубка С для выхода воздуха.

При дистилляции содержащаяся в реакционной колбе А жидкость нагревается до заданной температуры ниже точки ее кипения. Уровень жидкости в колбе и температура за все время процесса остаются

постоянными. Подача дистиллируемой жидкости в колбу регулируется краном. Через трубку 2 в реакционную колбу со скоростью 1—3 л/мин. впускается очищенная от взвешенных частиц аэрозоля и углекислоты струя профильтрованного воздуха, которая насыщается в колбе парами дистиллируемой жидкости. Насыщенная парами жидкости струя воздуха при заданной температуре поступает в конденсатор 4, заключенный в рубашку 10, по которой снизу вверх протекает охлаждающая вода. В конденсаторе протекают одновременно два самостоятельных процесса: передачи массы и передачи тепла; при этом соотношения скоростей этих процессов таково, что степень насыщения паров по мере продвижения воздушной струи снизу вверх повышается, в результате чего пары конденсируются на охлаждающей поверхности

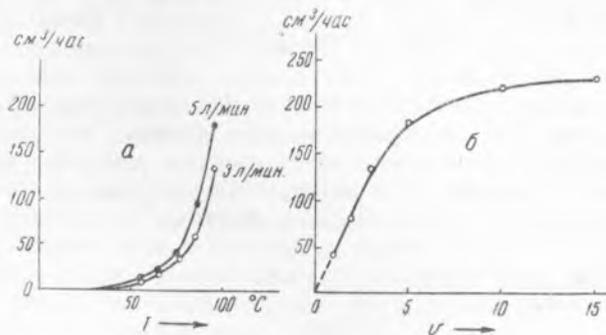


Рис. 2. *a* — по оси абсцисс отложена температура, по оси ординат — скорость конденсации; *б* — по оси абсцисс — скорость подачи воздуха в реакционный сосуд, по оси ординат — скорость конденсации

конденсатора. По мере конденсации паров на поверхности конденсатора образуется сползающая пленка конденсата, который стекает вниз в ловушки и в приемники Б. Паро-воздушная струя, охлажденная до температуры 10—15° С, поступает в сосуд В, откуда по газотводной трубке выходит в атмосферу.

Скорость испарения и конденсации и степень чистоты дистиллята в указанном аппарате зависят от скорости подачи воздуха и от температуры нагрева жидкой смеси.

Зависимость скорости конденсации от температуры нагрева для случая перегонки воды при скоростях подачи воздуха 3 и 5 л/мин. и температуре охлаждающей воды 6—15° приведена на рис. 2, *a*; зависимость скорости конденсации от скорости подачи воздуха при 96° показана на рис. 2, *б*. Степень чистоты полученного конденсата в указанном аппарате значительно превышает степень чистоты конденсата, полученного в обычных дистилляционных аппаратах. Так, электропроводность полученной дистиллированной воды $K = 0,5 \cdot 10^{-6} \Omega^{-1} \text{ см}^{-1}$, т. е. на порядок величины меньше электропроводности воды, получаемой при однократной перегонке, и равняется примерно электропроводности хорошего бидистиллята.

Известно, что в каждом сечении в конденсаторе устанавливается своя постоянная температура и свой состав конденсата (для смесей летучих компонентов). И чем выше это сечение, тем больше конденсат обогащается низкокипящим компонентом. Следовательно, при достаточно длинном пути соприкосновения фаз в результате этого процесса получаем в верхней точке конденсатора конденсат, содержащий низкокипящий компонент смеси, т. е. достигаем выделения из исходной бинарной смеси одного ее компонента в чистом виде.

Однако длина конденсатора может лимитироваться практическими соображениями; в то же время распределение конденсата по высоте и его качественный состав меняются в зависимости от скорости подачи воздуха в сосуд A , и чем меньше скорость подачи воздуха в сосуд A , тем на меньшей длине конденсатора заканчивается процесс конденсации. Поэтому, регулируя скорость подачи воздуха в реакционный сосуд, можно обеспечить полноту разделения смеси в конденсаторе длиной 1—1,5 м.

Таким образом, разделив поверхность конденсатора на отдельные участки по высоте (рис. 1, II) и установив для каждого из них отдельные приемники (B, B_1, B_2, \dots, B_n) для сбора конденсата, мы получаем одновременно несколько фракций исходной бинарной смеси с различным содержанием компонентов, причем нетрудно видеть, что в нижнем приемнике будут всегда содержаться оба компонента, а в самом верхнем приемнике будет содержаться низкокипящий компонент в наиболее чистом виде. Отсюда следует предположение, что в описанном процессе можно достигнуть весьма высокой степени разделения жидких смесей на составляющие компоненты, не прибегая к устройству сложных ректификационных колонн, что нами в настоящее время проверяется на ряде органических жидких смесей.

В заключение выражаю глубокую благодарность чл.-корр. АН СССР Б. В. Дерягину за ряд важных советов.

Институт физической химии
Академии наук СССР

Поступило
29 XI 1948