



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

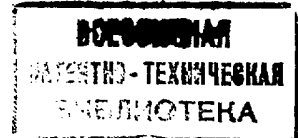
(19) SU (11) 1699585 A1

(51)5 В 01 J 8/18

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГКНТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



1

(21) 4796905/26  
(22) 27.12.89  
(46) 23.12.91. Бюл. № 47  
(71) Московское научно-производственное объединение "НИОПИК"  
(72) А.Е.Круглик, М.С.Бродский и Ю.В.Моисеенко  
(53) 66.023 (088.8)  
(56) Заявка ФРГ № 2634785, кл. В 01 J 1/00, 1976.  
Заявка ФРГ № 2157736, кл. В 01 J 8/22, 1971.  
Патент ГДР № 70861, кл. В 01 J 1/00, 1968.

(54) **БАРБОТАЖНЫЙ ПРОТИВОТОЧНЫЙ КОЛОННЫЙ РЕАКТОР**

(57) Изобретение относится к химической промышленности, а именно к аппаратам для проведения химического взаимодействия труднорастворимого в сплошной фазе газа с жидкостью или суспензией, может быть использовано, например, для жидко-

2

фазного окисления алкилароматических углеводов кислородом или воздухом и позволяет повысить производительность реактора за счет улучшения гидродинамических параметров взаимодействия труднорастворимого газа с жидкостью или суспензией. Барботажный противоточный колонный реактор для непрерывного взаимодействия систем газ - жидкость и газ - жидкость - твердое содержит корпус, расположенные по его высоте перфорированные тарелки со встроенными в них переточными трубками. При этом живое сечение отверстий в тарелке составляет 0,1-1,0%, а расстояние между тарелками составляет 1,5-2,9 внутреннего диаметра корпуса. Отношение сечения трубки к живому сечению отверстий в тарелке составляет 1-5. Переточная трубка может быть выполнена с отверстиями на боковой поверхности трубки, расположенной над тарелкой, живое сечение которых составляет не менее 50% сечения трубки. 1 з.п. ф-лы, 6 ил.

Изобретение относится к аппаратам химической промышленности, предназначенным для проведения непрерывных гетерогенных химических процессов, а именно химического взаимодействия труднорастворимого диспергированного в сплошной фазе газа с жидкостью (г-ж) или суспензией (г-ж-тв), и может быть использовано, например, для жидкофазного окисления алкилароматических углеводов кислородом или воздухом.

Известен противоточный колонный реактор, секционированный перфорирован-

ными тарелками. Газ подают снизу вверх. Направленная в противотоке газу жидкость или суспензия проходит вниз исключительно через отверстия в тарелках, живое сечение которых составляет 10-40%. Диаметр отверстий более 5 мм (предпочтительно 10 мм), а расстояние между тарелками составляет менее двух внутренних диаметров колонны (предпочтительно 0,5). Реактор работает в так называемом затопленном барботажном режиме, когда достигается максимально возможное заполнение аппарата газожидкостным слоем.

(19) SU (11) 1699585 A1

Недостатком данного реактора является то, что он не работает эффективно при незначительных нагрузках по газу, т.е. при проведении медленных реакций с трудно-растворимыми газами. Это объясняется невысоким газосодержанием и поверхностью контакта фаз, ввиду большого живого сечения и диаметра отверстий на тарелках. Кроме того, этот реактор характеризуется высокой удельной металлоемкостью, а узкий спектр распределения времени пребывания достигается только за счет размещения по высоте значительного числа тарелок.

Наиболее близким к предлагаемому является колонный реактор для проведения непрерывных гетерогенных химических процессов в системах г-ж, и г-ж-тв при противоточном движении фаз. Реактор имеет корпус, в котором по высоте размещены перфорированные тарелки с переливными трубками. Живое сечение отверстий тарелки составляет 1,1–3,5% при размерах отверстий 2 мм и более. Отверстия в тарелке равномерно распределены по тарелке, кроме площади, ограниченной контуром определенного сечения, размещенной над тарелкой переливной трубки вышерасположенной тарелки, диаметр которого связан в определенном соотношении с расстоянием выходного устья трубки от тарелки. Переливные трубки имеют определенную высоту над тарелкой и расположены так, что переливная трубка на нижерасположенной тарелке размещена на стороне, противоположной размещению переливной трубки вышерасположенной тарелки.

В предлагаемом реакторе расстояние между тарелками равно 2,9 внутреннего диаметра колонны. Переливная трубка на тарелке обеспечивает преимущественно противоток жидкости или суспензии через свое сечение, но кроме того, основным ее назначением является поддержание уровня жидкости или суспензии с диспергированным в них газом на соответствующей тарелке. При непрерывной работе аппарата уровень заполнения его и расход сплошной фазы осуществляются корректировкой по уровню перелива в нижней секции на выходе сплошной фазы из реактора.

Недостатком известного реактора является неполное заполнение рабочего объема аппарата газожидкостной смесью, так как уровень заполнения определяется высотой переливной трубки над тарелкой, что часто нежелательно, так как снижается удельная производительность реактора. Кроме того, применение переливной трубки при противотоке сводит к минимуму об-

ратное перемешивание сплошной фазы, делает максимально узким спектр ее времени пребывания в секционированном аппарате, увеличивая степень превращения и выход целевых продуктов при многостадийных реакциях. Однако наличие свободного газового объема в секции, образуемой двумя близрасположенными тарелками, способствует неравномерности перемешивания газа, снижает движущую силу массопередачи, что ведет к понижению эффективности реактора. В известном реакторе свободный газовый объем составляет от 20 до 50% объема расстояния между близрасположенными тарелками, следовательно, должно быть существенное снижение эффективности процесса, особенно при проведении реакций с труднорастворимыми газами.

Кроме того, недостатком известного реактора является сложность равномерного поддержания распределителя твердой фазы по высоте колонны, особенно при повышенных ее концентрациях в жидкости. Для равномерного перетока суспензии от тарелки к тарелке через переливные трубки необходимо поддержание одинаковой концентрации ее на входе в переливную трубку и по высоте слоя на тарелке, что может быть достигнуто только при интенсивном псевдооживлении, т.е. при относительно высоких нагрузках по газу, что не всегда желательно, особенно при поглощении и реакции с труднорастворимыми газами, так как при этом увеличивается проскок газа.

Известны прямоточные секционированные аппараты, работающие при полном заполнении газожидкостной смесью и имеющие уменьшенное живое сечение отверстий на тарелках в сравнении с известными устройствами. Однако эти аппараты непригодны для проведения противоточных химических процессов ввиду невозможности стабилизации противоточного движения потоков даже при невысоких нагрузках фаз.

Известна также противоточная секционированная колонна с переливными трубками для проведения реакций в системе г-ж.

Однако это устройство, как и описанные известные, работает при неполном заполнении газожидкостной смесью расстояния между близрасположенными тарелками и при большем живом сечении отверстий на тарелке.

Целью изобретения является повышение эффективности и производительности реактора за счет улучшения гидродинамических параметров взаимодействия труднора-

створимого газа с жидкостью или суспензией.

В колонном реакторе, содержащем корпус, расположенные по его высоте перфорированные тарелки со встроенными в них переточными трубками, живое сечение отверстий в тарелках составляет 0,1–1,0%, расстояние между тарелками составляет 1,5–2,9 внутреннего диаметра корпуса, при этом отношение сечения переливной трубки к живому сечению отверстий в тарелке составляет 1–5. При этом возможно выполнение части переточной трубки, расположенной над тарелкой, с отверстиями на боковой поверхности, живое сечение которых составляет 30–50% сечения трубки.

На фиг.1 представлен реактор, общий вид; на фиг.2 – корпус реактора, разрез; на фиг.3 – разрез А–А на фиг.2; на фиг.4 – зависимость газосодержания от линейной скорости газа; на фиг.5 и 6 – изменение мощности дозы излучения при вводе радиоактивного индикатора в реактор для получения характеристик спектра распределения времени пребывания и предельного перемешивания

Колонный реактор содержит корпус 1, разделенный на реакционные секции 2 с помощью перфорированных тарелок 3. Каждая тарелка имеет переточную трубку 4, причем переточная трубка на нижерасположенной тарелке расположена на стороне, противоположной размещению переточной трубки вышерасположенной тарелки (фиг.2). Тарелки выполнены с отверстиями, живое сечение которых составляет 0,1–1%, при этом расстояние между близлежащими тарелками составляет 1,5–2 внутреннего диаметра корпуса. Реактор на выходе реакционной массы снабжен уткой 5 или 17. Переточная трубка может быть выполнена с боковыми отверстиями 6 на части ее, расположенной над тарелкой. Площадь сечения этих отверстий должна составлять 30–50% от сечения трубки. Отверстия на тарелках 7 равномерно распределены по поверхности, за исключением места на тарелке, куда выходит устье переточной трубки вышерасположенной тарелки, чтобы исключить попадание пузырьков воздуха в трубку. Площадь сечения переточной трубки составляет в 2–6 раз больше площади живого сечения отверстий на тарелке.

Реактор работает следующим образом.

Газовую фазу подают противотоком жидкости или суспензии снизу колонны, первоначально диспергируя его газораспределительной решеткой 8, в первую секцию и отводят после прохождения и диспергирования через все секции колон-

ны, через сепарационный объем 9 и далее в холодильник 10, фазоразделитель 11, где сконденсировавшиеся пары возвращаются в колонну через штуцер 12, а остаточный газ – на выход 14. Прореагировавшую жидкость или суспензию, поступающую сверху колонны, отводят снизу, причем жидкость отводят через штуцер 13, утку 5, а при работе с суспензией – через наполнитель 15 из циркуляционного контура насосом 16 через утку 17. При малых нагрузках по газу наиболее интенсивное газосодержание, а следовательно, и развитая поверхность контакта фаз, осуществимо в предлагаемом реакторе при живом сечении отверстий на тарелке менее 1 и 0,1%, при этом скорость газа в отверстиях более 2 и менее 5 м/с, а диаметр отверстий составляет 1,2–2,0 мм.

На фиг.4 дана зависимость газосодержания в секционированном реакторе от линейной скорости газа в системе воздух – уксусная кислота при живом сечении отверстий в тарелке 0,65%, диаметре отверстий 1,3 мм, полученная обработкой измерений стационарного ввода метки радиоактивного криптона-85 (кривые 1 и 2 – секционированная колонна, число секций 4; кривая 3 – известная колонна, число секций 4; кривая 4 – полая колонна, жидкость). Для условий ведения реакции с труднорастворимыми газами, когда необходим незначительный расход газа, а время пребывания жидкости или суспензии на несколько порядков больше времени пребывания реакционного газа, газосодержание при малых линейных скоростях газа даже возрастает при увеличении времени пребывания жидкости и выше, чем в известном реакторе, и тем более, чем в полой барботажной колонне.

При одинаковом числе секций в секционированной колонне спектр времени пребывания фаз в предлагаемом изобретении более узкий, чем в известном реакторе, а следовательно, снижено прямое и обратное перемешивание, что доказано обработкой измеренных кривых отклика при вводе метки радиоактивного золота-195 (для жидкой и твердой фаз) и радиоактивного криптона-85 (для газовой фазы) (фиг.5, при системе воздух – уксусная кислота – карбоновые кислоты, где кривая 1 – секционированная колонна, число секций 4, жидкость; кривая 2 – то же, твердая; кривая 3 – известная колонна, число секций 4, твердое; кривая 4 – полая колонна, жидкость; фиг.6: при системе воздух – уксусная кислота, где кривая 1 – секционированная колонна, число секций 4; кривая 2 – известная колонна, число секций 4; кривая 3 – полая колонна). Особенно уменьшено обратное перемешивание по

газовой фазе. Узкий спектр времени пребывания, а следовательно, минимальное прямое и обратное перемешивание обеспечивают применение переточной трубки с отношением ее сечения к живому сечению отверстий в тарелке, равном от 2 до 6, в совокупности с уменьшенным, в сравнении с известным изобретением, "живым" сечением отверстий в тарелке. Это создает практически беспровальный режим работы тарелки, а максимально возможное заполнение секции газожидкостным однородным слоем смещает смешение газовой фазы в сторону сужения спектра времени пребывания по высоте колонны. Применение боковых отверстий на части переточной трубки, расположенной над тарелкой, способствует уменьшению "размыва" спектра времени пребывания твердой фазы в колонне, если даже на тарелке не достигается однородное псевдоожигание по ее высоте, поскольку переток фазы происходит из различных сечений по высоте слоя на тарелке.

Увеличение "живого" сечения отверстий сверх указанного предела при малых нагрузках по газу ведет к снижению газосодержания, а его дальнейшее уменьшение — к резкому уменьшению поверхности контакта фаз, увеличению обратного перемешивания. Причем, при увеличении живого сечения отверстий при малых нагрузках по газу усиливается неравномерность псевдоожигания твердой фазы, ее "провал" через отверстия. Увеличение отношения сечения переточной трубки к "живому" сечению отверстий сверх указанного предела улучшает равномерность распределения подачи газа на тарелку, а следовательно, ухудшаются гидродинамические характеристики газожидкостного слоя на тарелке; уменьшение этого отношения ведет к увеличению обратного перемешивания фаз.

При расстоянии между тарелками 1,5–2,9 диаметра аппарата наблюдается стабилизация гидродинамических характеристик в секции. Причем, дальнейшее увеличение этого отношения не влияет на стабилизацию и даже приводит к ухудшению некоторых гидродинамических характеристик.

Часть переточной трубки, расположенной над тарелкой, может быть выполнена с отверстиями на боковой поверхности, живое сечение которых составляет 30–50% сечения трубки.

Такое соотношение обеспечивает равномерный переток суспензии с вышележащей тарелки на нижележащую путем равномерного отвода ее с различного сечения газожидкостного слоя. При значении этого соотношения менее 30% не может

быть обеспечено равномерное псевдоожигание. При величине этого соотношения более 50% возможен обратный заброс газовой фазы на нижележащую тарелку.

**Пример 1.** В реактор диаметром 200 мм, общей высотой 2,5 м и высотой рабочей части реактора 1,75 м, имеющей четыре секции, образуемые перфорированными тарелками с живым сечением отверстий 0,1% и их диаметром 1,3 мм, с расстоянием между близлежащими тарелками 438 мм, с расположенными на тарелках переточными трубками с диаметром 15 мм (отношение сечения трубки к живому сечению отверстия 5,5, отношение расстояния между тарелками и внутреннему диаметру аппарата 2,2), подают сверху аппарата непрерывно через штуцер А (фиг. 1) 20%-ный раствор о-хлортолуола в уксусной кислоте с расходом 17 кг/ч. Противотоком снизу колонны через штуцер В подают непрерывно воздух в количестве 5 м<sup>3</sup>/ч. Жидкофазное окисление о-хлортолуола проводят при средней температуре по секциям 150°С, которую поддерживают с помощью встроенного по высоте U-образного теплообменника подачей в него воды, при давлении в аппарате 16,9·10<sup>5</sup> Па. Реакционную массу отводят от реактора через утку и штуцер Г, а остаточную газовую фазу с парами после конденсации паров в холодильнике, отделении конденсата в фазоразделителе и возвращении конденсата в аппарат — через штуцер Д. В предлагаемом реакторе содержание кислорода на выходе составляет 6,4 об.%, степень превращения исходного о-хлортолуола 99,9%, а выход о-хлорбензойной кислоты 97,3%. Производительность составляет 61 кг/ч на 1 м<sup>3</sup> рабочего объема по о-хлорбензойной кислоте.

**Пример 2** (сравнительный по известному). В реакторе с размерами по примеру 1, но с живым сечением отверстий на тарелке 2,5%, при диаметре отверстий на тарелке 3 мм, расстоянии между тарелками 600 мм (при отношении расстояния между тарелками к диаметру аппарата, равном 3), с переливной трубкой диаметром 25 мм (отношение сечения трубки к живому сечению отверстий 0,8), с высотой трубки над тарелкой, равной 0,5 высоты секции, проводят окисление 20%-ного раствора о-хлортолуола в уксусной кислоте. Расход жидкой фазы составляет 11 кг/ч, а воздуха 4,2 м<sup>3</sup>/ч. Режимные параметры и ход ведения процесса аналогичны примеру 1, но отвод реакционной массы осуществляют через штуцер непосредственно, исключив утку. Содержание кислорода на выходе составляет 9,7 об.%, степень превращения 90,5%. Производительность 38 кг/ч на 1 м<sup>3</sup>

реакционного рабочего объема (или 19 кг/ч на 1 м<sup>3</sup> полного объема рабочей части реактора).

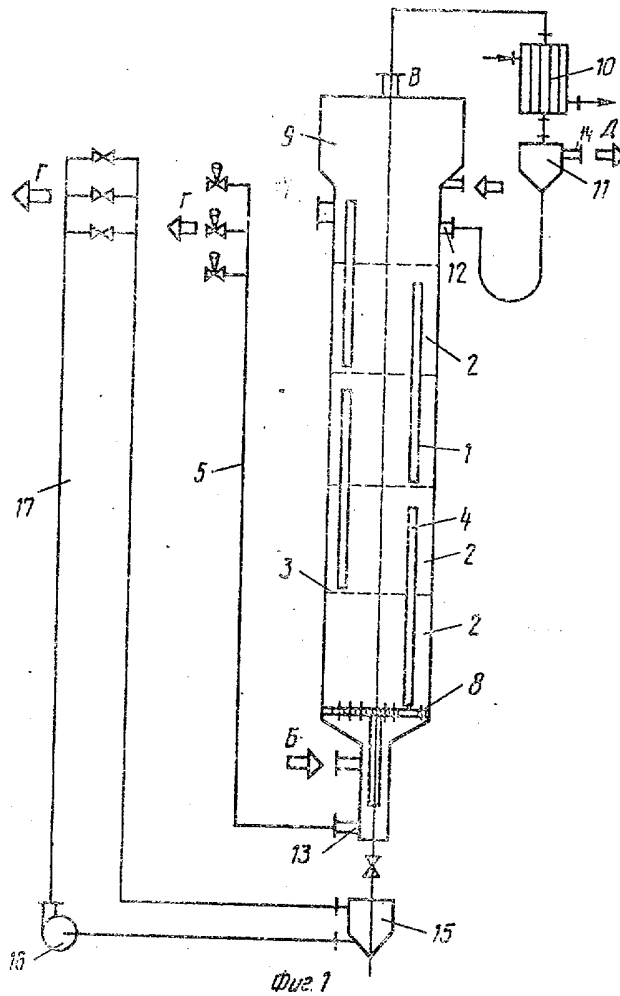
Таким образом, применение секционированного колонного реактора с переточными трубками, работающего при максимально возможном заполнении аппарата с указанным соотношением параметров конструктивных элементов, позволяет улучшить гидродинамические характеристики, что повышает производительность и показатели эффективности гетерогенной реакции, преимущественно для многостадийных процессов с труднорастворимыми реакционными газами.

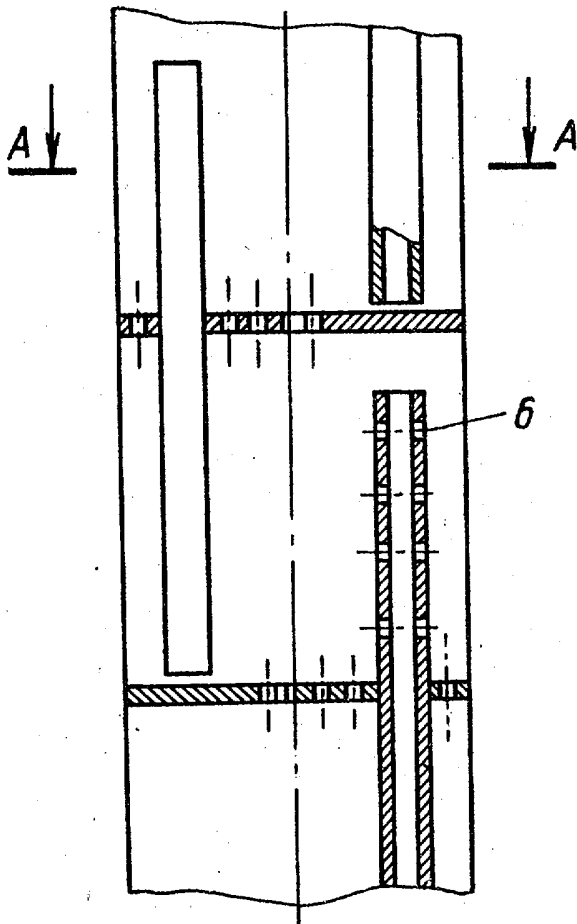
**Формула изобретения**

1. Барботажный противоточный колонный реактор для непрерывного взаимодействия системы газ - жидкость и газ - жидкость - твердое, содержащий корпус,

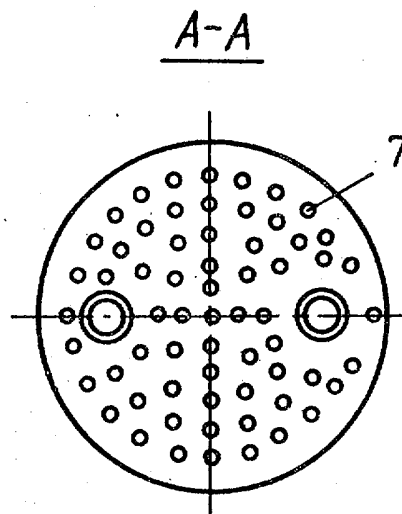
расположенные по его высоте перфорированные тарелки со встроенными в них переточными трубками, отличающийся тем, что, с целью повышения производительности и эффективности реактора за счет улучшения гидродинамических параметров взаимодействия труднорастворимого реакционного газа с жидкостью или суспензией, живое сечение отверстий в тарелках составляет 0,1-1,0%, расстояние между тарелками составляет 1,5-2,9 внутреннего диаметра корпуса, при этом отношение сечения переточной трубки к живому сечению отверстий в тарелке составляет 1-5.

2. Реактор по п.1, отличающийся тем, что часть переточной трубки, расположенной над тарелкой, выполнена с отверстиями на боковой поверхности, живое сечение которых составляет 30-50% сечения трубки.

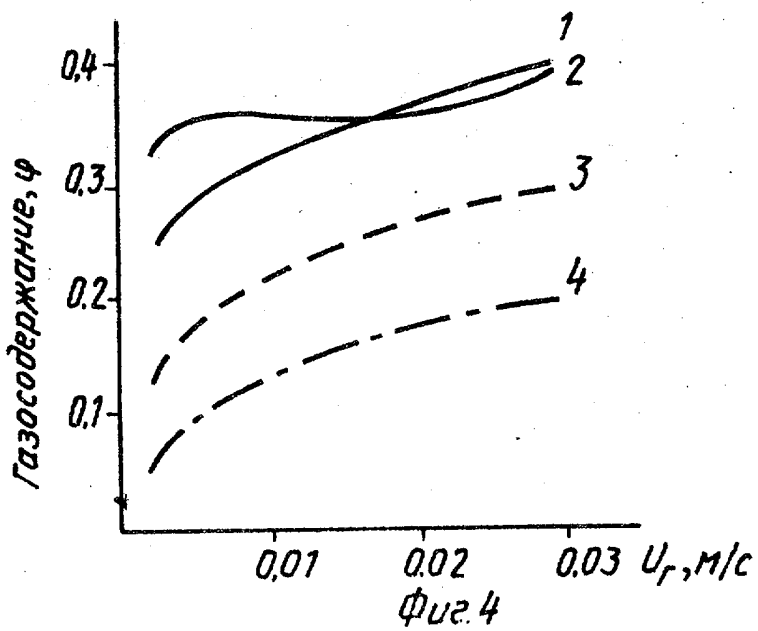




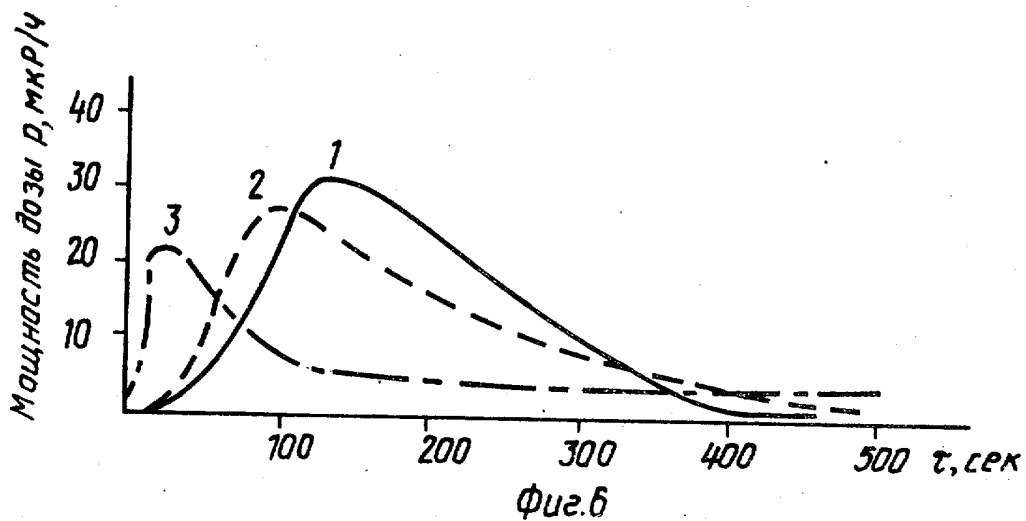
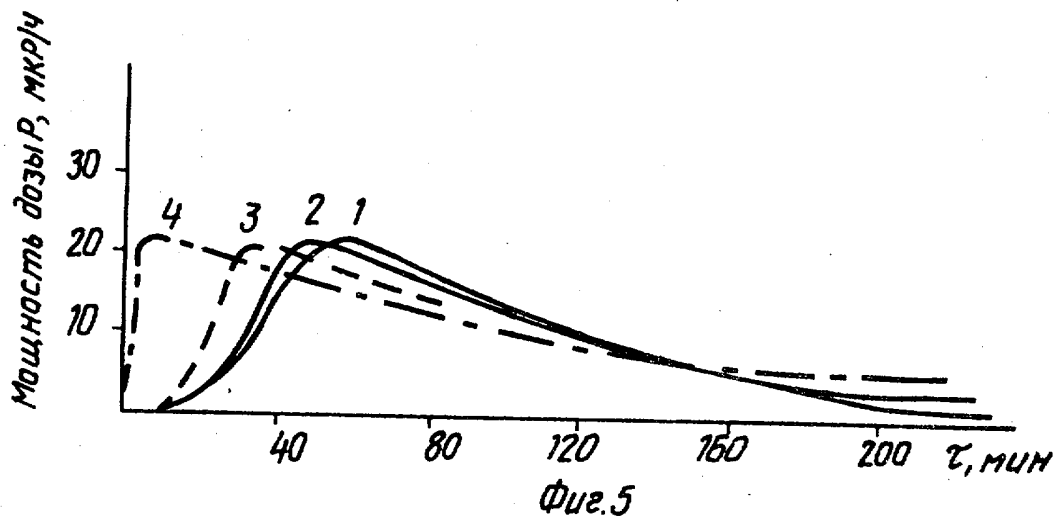
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Редактор И. Дербак      Составитель А. Телесницкий      Техред М. Моргентал      Корректор М. Максимишинец

Заказ 4420      Тираж      Подписное  
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101