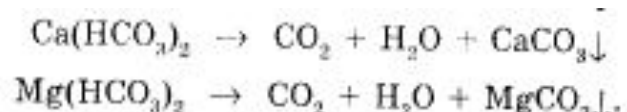


# Водоподготовка

Водоподготовкой называют улучшение качества воды, поступающей из водоисточника для производственного использования

В образовании накипи участвуют различные вещества — основные гидрокарбонаты кальция и магния, которые при нагревании распадаются на свободную уголекислоту и нерастворимые кальция и магния карбонаты:



Воду, содержащую много солей кальция и магния, называют жесткой, а воду с незначительным количеством их — мягкой. Полной жесткостью называют жесткость природной воды, не подвергавшейся нагреванию или какому-либо другому виду умягчения. Под общей жесткостью воды понимают суммарную концентрацию солей кальция и магния.

При нагревании гидрокарбонаты кальция и магния в воде разлагаются и в осадок выпадают карбонаты кальция и магния. В результате жесткость воды уменьшается, поэтому иногда употребляется термин «устраняемая», или «временная» жесткость воды.

Жесткость, сохранившуюся после кипячения воды в течение часа, называют постоянной.

В настоящее время жесткость воды выражается в миллиграмм-эквивалентах (мг-экв) кальция и магния, содержащихся в 1 л воды. Воду классифицируют по жесткости:

- очень мягкая — 0--1.5;
- мягкая — 1,5—3;
- средняя — 2—6;
- очень жесткая — более 10 мг-экв/л.

В производстве инъекционных лекарственных форм используется вода различной степени очистки:

- вода обессоленная (деминерализованная);
- вода очищенная;
- вода для инъекций (апирогенная).

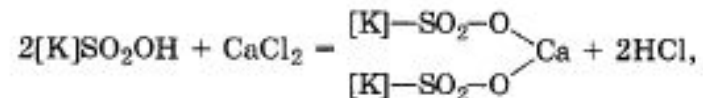
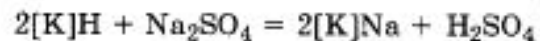
### Получение деминерализованной воды

Деминерализованную (обессоленную) воду получают из водопроводной питьевого качества, предварительно подвергнутой тщательному анализу, так как в ней содержится значительное количество растворенных и взвешенных веществ.

Деминерализация воды (освобождение от присутствия нежелательных катионов и анионов) проводится с помощью ионного обмена и методов разделения через мембрану.

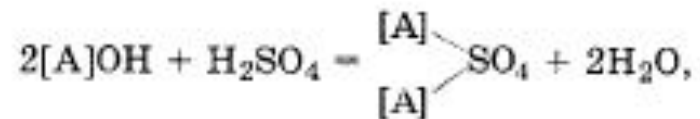
**Ионный обмен** основан на использовании ионитов — сетчатых полимеров разной степени сшивки, с гелевой или микропористой структурой, ковалентно связанных с ионогенными группами. Диссоциация этих групп в воде или растворах дает ионную пару — фиксированный на полимере ион и подвижный противоион, который обменивается на ионы одноименного заряда (катионы или анионы) из раствора.

В фармацевтической промышленности используют сильно кислотные сульфокатиониты КУ-1, КУ-2 и пористый КУ-23. В Н-форме (катионит с подвижным атомом водорода) они обменивают все катионы, содержащиеся в воде. Ионнообменные катиониты можно представить в следующем виде:



где К — полимерный каркас катионита.

Применяемые длительное время слабоосновные марки ЭДЭ-10П в настоящее время заменяются на сильноосновные АВ-171 и АВ-17, которые в ОН-форме (анионит с подвижной гидроксильной группой) обменивают все анионы, содержащиеся в воде. Реакция анионного обмена проходит по следующей схеме:



где А — полимерный каркас анионита.

Ионообменная установка состоит из 3—5 пар катионитовых и анионитовых колонок (рис. 19.13).

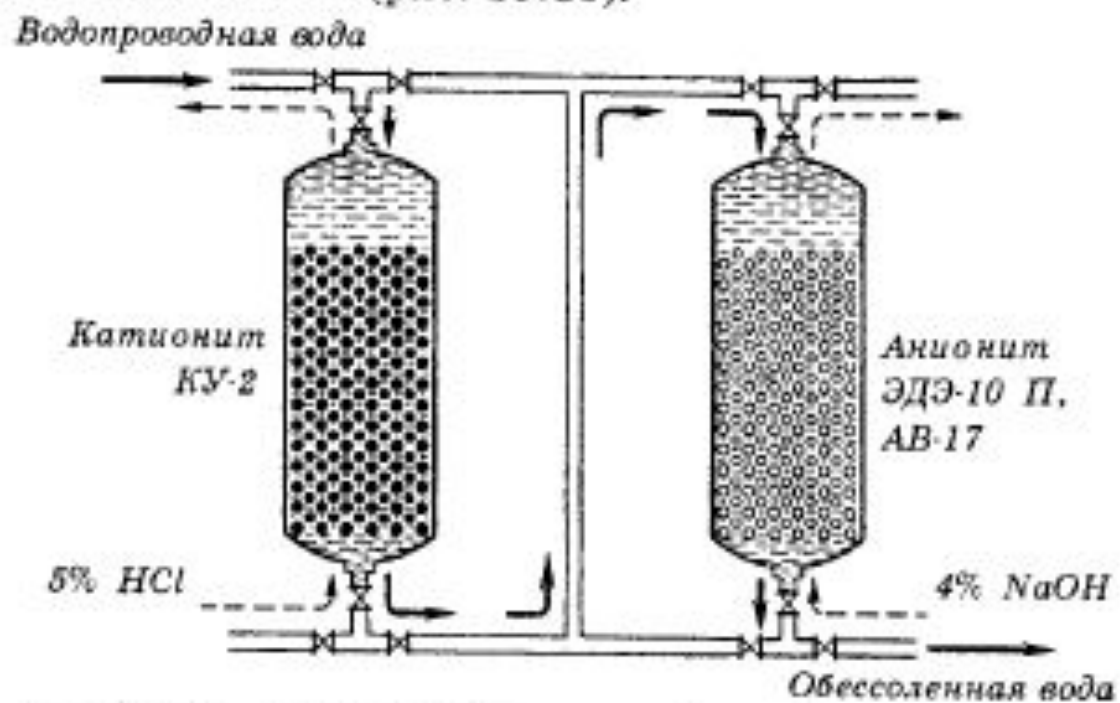


Рис. 19.13. Принцип работы ионообменной установки

Среди методов **разделения через мембрану** можно выделить:  
**обратный осмос, ультрафильтрацию, диализ, электродиализ, испарение через мембрану.** Эти методы основаны на использовании перегородок, обладающих селективной проницаемостью, благодаря чему возможно получение воды без фазовых и химических превращений.

**Обратный осмос** (гиперфильтрация) - переход растворителя (воды) из раствора через полупроницаемую мембрану под действием внешнего давления. Избыточное рабочее давление солевого раствора намного больше осмотического. Движущей силой обратного осмоса называют разность давлений по обе стороны мембраны.

Этот метод разделения впервые был предложен в 1953 г. Ч. Е. Рейдом для обессоливания воды.

Используют мембраны двух типов:

1. Пористые — с размером пор  $10^1$ —  $10^3$  мкм (1—10 А). Селективная проницаемость основана на адсорбции молекул воды поверхностью мембраны и ее порами. При этом образуется «сорбционный слой толщиной несколько десятков А. Адсорбированные молекулы перемещаются от одного центра адсорбции к другому, не пропуская соли.
2. Непористые диффузионные мембраны образуют водородные связи с молекулами воды на поверхности контакта. Под действием избыточного давления эти связи разрываются, молекулы воды диффундируют в противоположную сторону мембраны, а на образовавшиеся места проникают следующие. Таким образом, вода как бы растворяется на поверхности и диффундирует внутрь слоя мембраны. Соли и почти все химические соединения, кроме газов, не проникают через такую мембрану.

**Ультрафильтрация** — процесс мембранного разделения растворов высокомолекулярных соединений под действием разности давлений. Данный метод используют, когда осмотическое давление несоизмеримо мало в сравнении с рабочим давлением. Движущей силой является разность давлений — рабочего и атмосферного.

**Электродиализ.** Механизм разделения основан на направленном движении ионов в сочетании с селективным действием мембран под влиянием постоянного тока. В качестве ионообменных мембран применяются:

- катионитовые марки МК-40 с катионитом КУ-2 в Na-форме и основой на полиэтилене высокой плотности и МК-40л, армированная лавсаном;
- анионитовые марки МА 40 с анионитом ЭДЭ-10П в С1-форме на основе полиэтилена высокой плотности и МА-41л — мембрана с сильноосновным анионитом АВ-17, армированная лавсаном. Выпускаются электродиализные установки ЭДУ-100 и ЭДУ-1000 производительностью 100 и 1000 м<sup>3</sup>/сут.

**Испарение через мембрану.** Растворитель проходит через мембрану и в виде пара удаляется с ее поверхности в потоке инертного газа или пол вакуумом. Для этой цели используют мембраны из целлофана, полиэтилена, ацетатцеллюлозы.

**Преимущество мембранных методов,** все больше внедряемых в производство, — значительная экономия энергии. Расход ее при получении воды очищенной или аналогичной по чистоте деминерализованной составляет (кВт • ч/м<sup>3</sup>): дистилляцией — 63,6; электролизом — 35,8; обратным осмосом — 3,7. Также сравнительно легко возможно регулировать качество воды.

**Недостатком методов** считают опасность концентрационной поляризации мембран и пор, что может вызвать прохождение нежелательных ионов или молекул в фильтрат.

**Деминерализованная вода** используется для мойки стеклодрота, ампул, вспомогательных материалов и питания аквадистилляторов при получении воды очищенной (дистиллированной) и воды для инъекций.

# Вода очищенная и апирогенная. Получение.

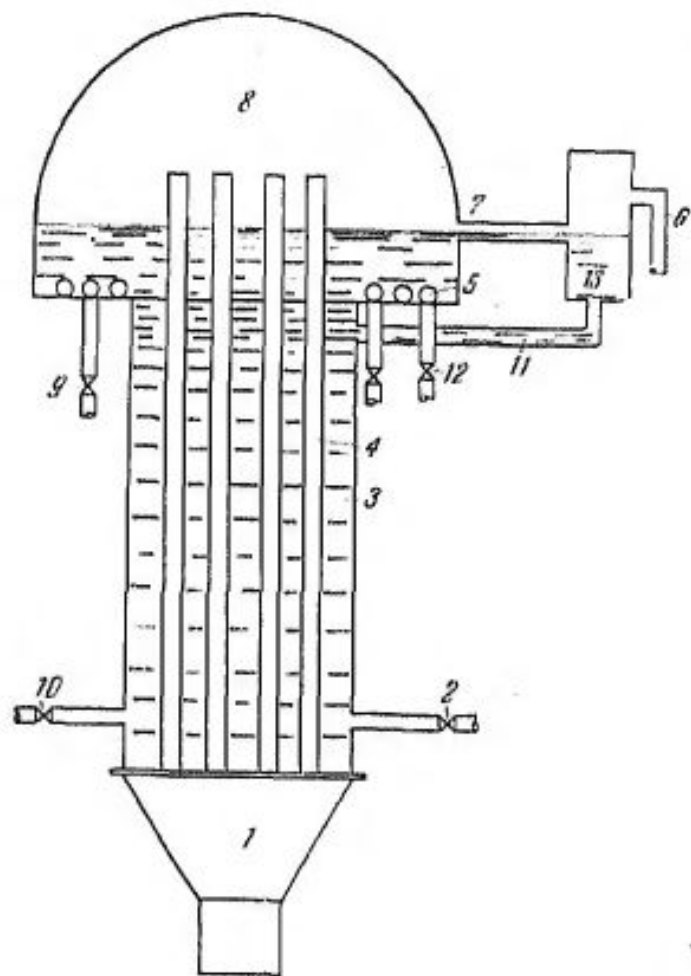
Воду очищенную получают методом дистилляции, перегонки водопроводной или деминерализованной воды в дистилляционных аппаратах различных конструкций. **Основными узлами любого дистилляционного аппарата являются испаритель, конденсатор и сборник.**

Сущность метода перегонки заключается в том, что исходную воду заливают в испаритель и нагревают до кипения. Происходит фазовое превращение жидкости в пар, при этом водяные пары направляются в конденсатор, где конденсируются и в виде дистиллята поступают в приемник.

Такой метод требует затрат большого количества энергии, поэтому в настоящее время на некоторых заводах получают воду, очищенную методами разделения через мембрану.



# Аквадистиллято ры

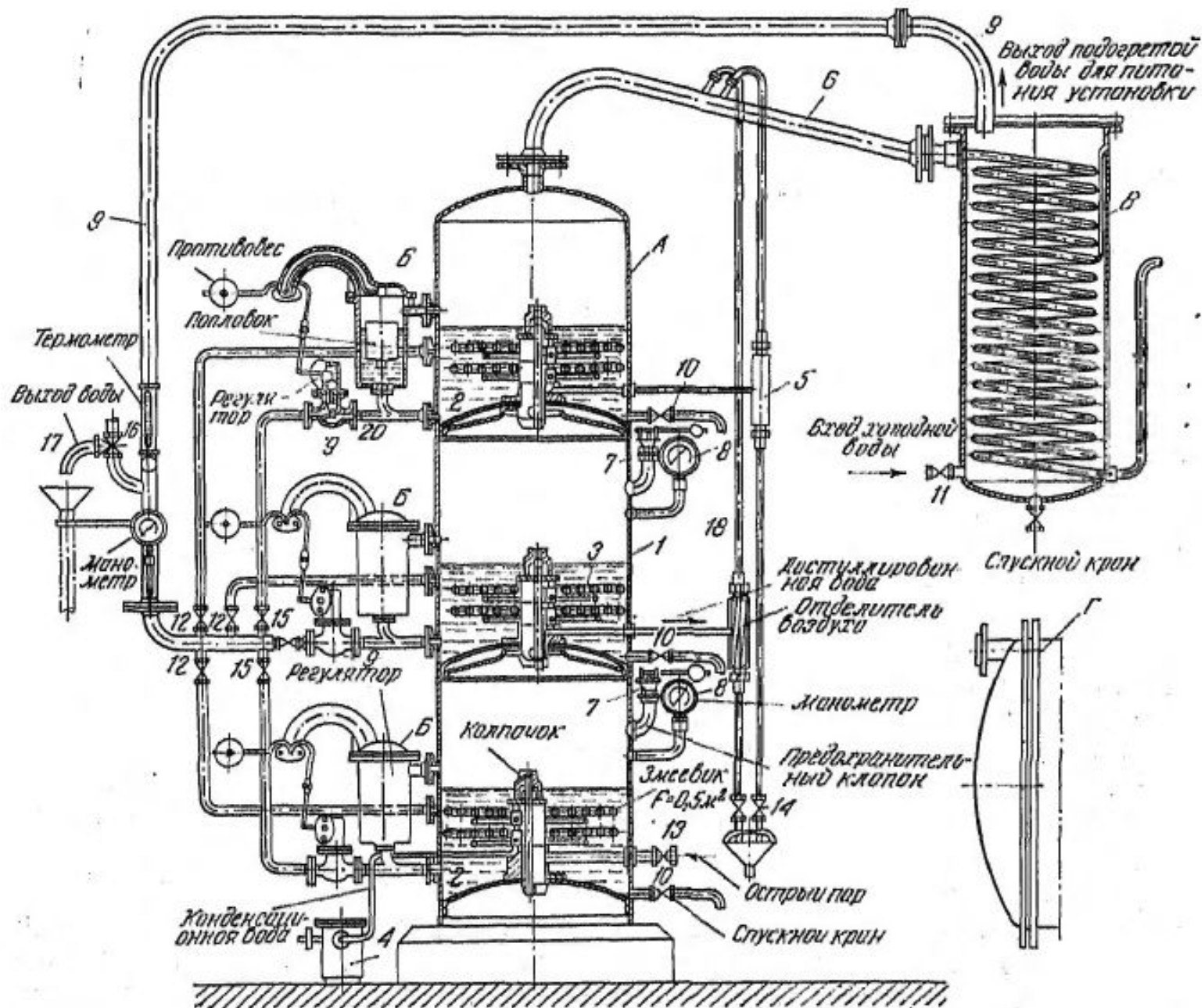


**Аппарат «Грибок».** У этого аппарата (рис. 77) испаритель, конденсатор и приемник расположен «а одной оси, один под другим. Благодаря такой конструкции аппарат занимает мало площади, так как подвешивается к стене. Испаритель 8 имеет полусферическую форму, напоминающую шляпку гриба. Отделяется он от трубчатого конденсатора 3 днищем, которое в средней части пронизывается холодильными трубками 4. По днищу расположен паровой змеевик 5, нагревающий воду. Холодная вода в конденсатор поступает через нижний кран 10. Из верхней части конденсатора нагревающуюся воду по соединительной трубе 11 направляют в газоотделительный бачок 12, откуда по перепускной трубке 7 она попадает в испаритель для пополнения испарившейся воды; излишек горячей воды выводится через трубу 6. Через кран 2 опорожняется конденсатор, через кран 9 — парообразователь, через кран 12 выводится конденсат из змеевика. Дистиллят выпускается через сборник 1. Производительность «Грибка» до 450 л дистиллированной воды в час. Ввиду простоты устройства и портативности он удобен для небольших галеновых производств.

## **Колонный трехступенчатый аппарат.**

На фармацевтических заводах дистиллированную воду получают в колонных трехступенчатых перегонных аппаратах; производительность крупных моделей может достигать 1000 л/ч. У этих аппаратов (рис. 78) три испарителя расположены один над другим, вследствие чего они очень компактны. Другой особенностью колонных аппаратов является то, что только первый (нижний) испаритель нагревается паром, поступающим из заводского паропровода. Что касается второго испарителя, то вода в нем нагревается паром, полученным в первом испарителе, а вода в третьем испарителе нагревается паром из второго испарителя. Таким образом, колонные аппараты являются весьма экономичными, использующими теплоту вторичного пара.

Трехступенчатый колонный аппарат состоит из колонны А, автоматических регуляторов уровня воды Б, конденсатора В и сборника Г. Колонна представляет собой стальной **цилиндр 1**, разделенный **днищами 2** на три ступени (испарителя). В каждой ступени находятся **змеевик 3** и **кран 10** для спуска воды. Греющий пар в змеевик первой ступени поступает через **вентиль 13**. Мятый пар из змеевика поступает в конденсационный **горшок 4**. Образовавшийся в первой ступени пар поступает в змеевик второй ступени и доводит до кипения находящуюся здесь воду. Образующийся при этом конденсат поступает сначала в **отделитель воздуха 5**, а затем в трубу, соединяющую колонный аппарат с конденсатором. Образовавшийся во второй ступени (пар поступает в змеевик третьей ступени, доводит воду до кипения и в конденсированном состоянии уходит в трубу 6 через отделитель воздуха. Пары, образовавшиеся в третьей ступени, по трубе 6 непосредственно направляются в конденсатор. Для того чтобы вода могла закипеть в парообразователях, температура греющего пара в змеевике должна быть соответственно выше. Это достигается перепадами в давлении греющего пара, о которых судят по манометрам о, установленным на первой и второй ступенях. Чтобы давление в этих ступенях не превысило установленной нормы, имеются предохранительные **клапаны 7**. Испарители питаются водой, поступающей из конденсатора по трубе 9. Вначале испарители заполняют холодной водой, которая поступает в конденсатор из водопровода через **кран 11**. После открытия **вентилей 12** вода заполняет все три испарителя до определенного уровня (по водоуказательным трубкам, не указанным на схеме). После этого вентили 12 перекрывают и колонный аппарат включают в работу. В дальнейшем питание парообразователей проводится уже горячей водой (до 80 °С) из верхних горизонтов конденсатора. Уровень воды в ступенях поддерживается автоматическими регуляторами 9, в которые вода поступает через **вентили 15**. Для создания необходимого давления в трубопроводах, которое позволило бы воде преодолеть давление пара в ступенях, имеется **клапан 16**. Излишек воды выводится через **отвод 17**.



# Трехступенчатый горизонтальный АД

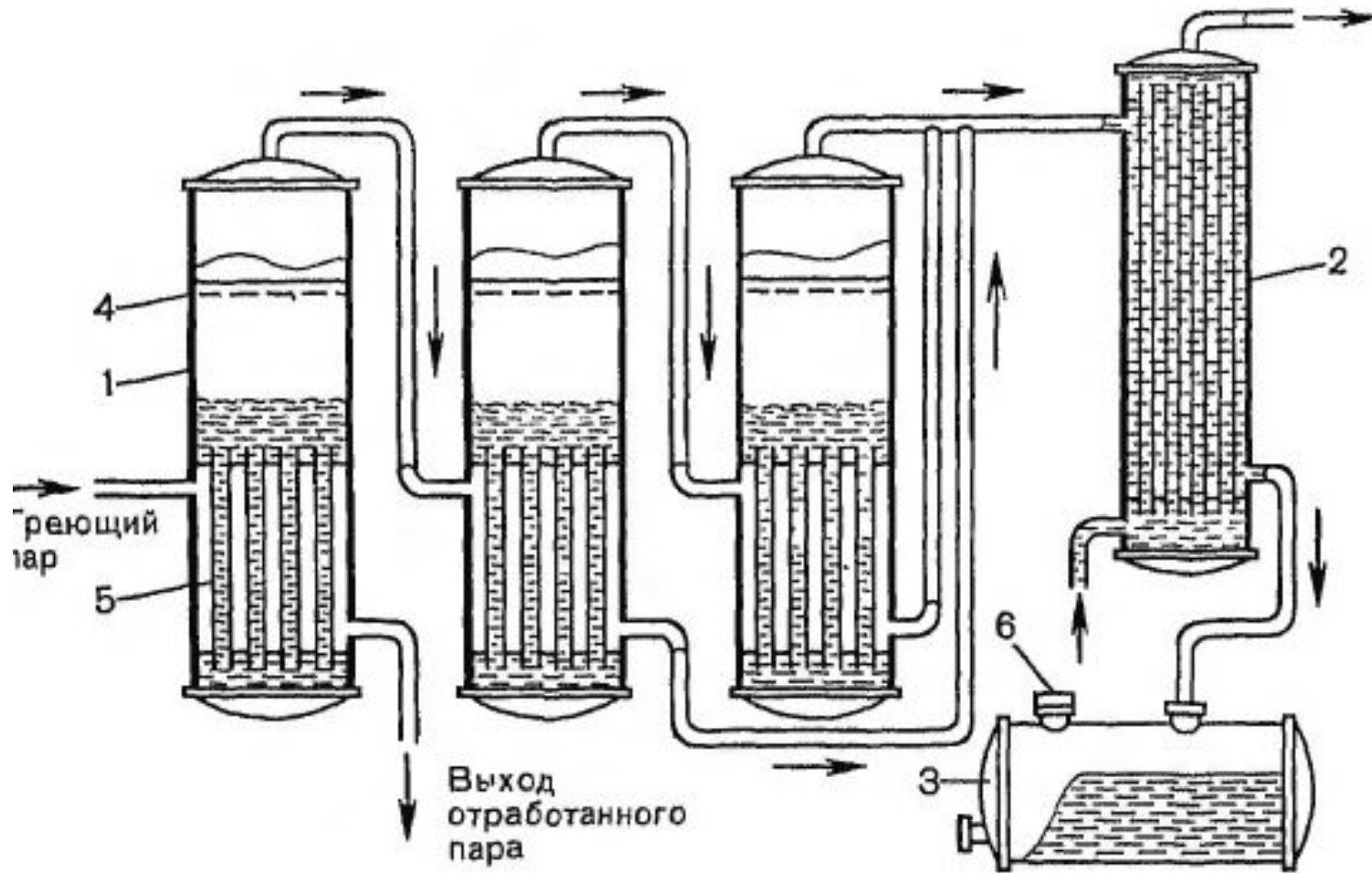


Рис. 13.11. Принцип работы трехступенчатого горизонтального аквадистиллятора. Объяснение в тексте.

# Принцип работы

Каждый корпус (1) представляет собой испаритель с трубчатым паровым нагревателем (5). Технический греющий пар подается в его верхнюю часть, а отработанный выводится в нижней части в парозапорное устройство линии конденсата технического пара. Внутри испарителя заливается нагретая в конденсаторе-холодильнике (2) вода деминерализованная до постоянного уровня и нагревается до кипения. Вторичный пар в верхней части каждого корпуса проходит через ситчатую тарелку с постоянным слоем проточной воды апирогенной (4). Барботаж способствует эффективному задерживанию капель из пара. Очищенный пар поступает в нагреватель второго корпуса и нагревает воду, находящуюся в нем, до кипения. Вторичный пар второго корпуса барботирует через слой воды апирогенной в ситчатой тарелке и поступает в нагреватель третьего. Очищенный вторичный пар третьего корпуса поступает в конденсатор-холодильник (2), являющийся общим для всех корпусов. Вторичный пар первого и второго корпусов из соответствующих нагревателей, проходя подпорные шайбы, подается вместе с образовавшимся дистиллятом в конденсатор-холодильник. Дистиллят собирается в сборнике с воздушным фильтром. Восполнение воды в испарителях всех корпусов происходит нагретой водой из конденсатора-холодильника. Для последовательного нагревания воды до кипения в нагревателях корпусов автоматически с помощью подпорных шайб поддерживается соответствующее давление и температура пара. В испарителях первого корпуса—120—140°С, второго—110—120 °С и третьего—103—110 °С. Качество дистиллята хорошее, так как в корпусах достаточная высота парового пространства и предусмотрено эффективное удаление капельной фазы из пара.

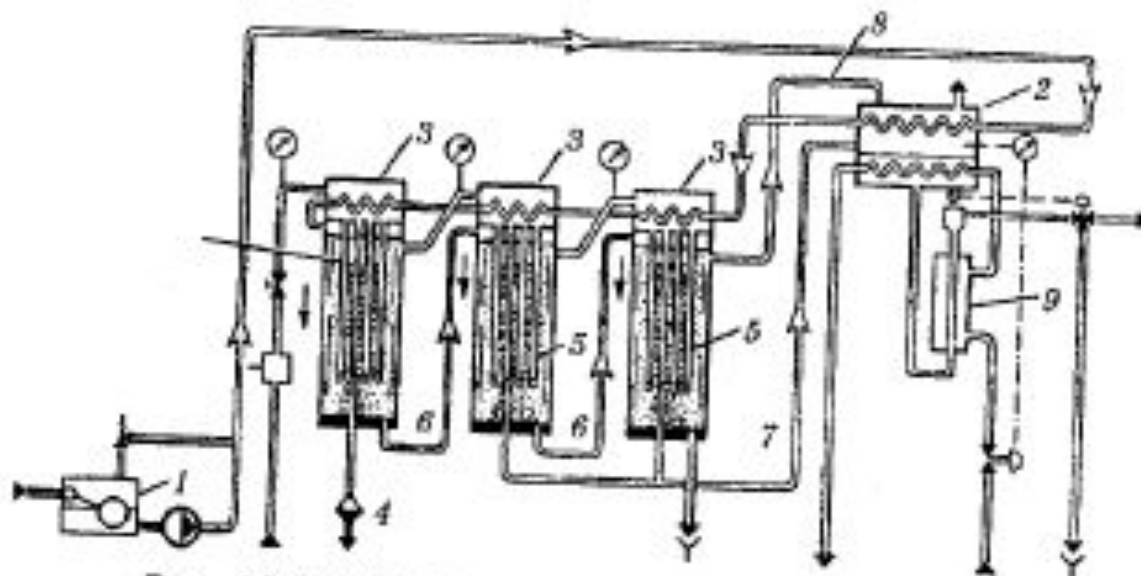


Рис. 19.14. Аквадистиллятор «Финн-аква»:  
 1 — регулятор давления; 2 — конденсатор-холодильник; 3 — теплообменник камер предварительного нагрева; 4 — парозапорное устройство; 5 — зона испарения; 6, 7, 8 — труба; 9 — теплообменник

## Аквадистиллятор «Финн-аква» (Финляндия)

Функционирует за счет использования деминерализованной воды. Вода поступает через регулятор давления в конденсатор, проходит теплообменники камер предварительного нагрева, а после нагревания поступает в зону испарения, состоящую из системы трубок, обогреваемых внутри греющим паром. Нагретая вода подается на наружную поверхность обогреваемых трубок в виде пленки, стекает по ним и нагревается до кипения. В испарителе за счет поверхности кипящих пленок создается интенсивный поток пара, движущийся снизу вверх со скоростью 20 -60 м/с. Центробежная сила, возникающая при этом, обеспечивает стенание капель в нижнюю часть корпуса, прижимая их к стенкам.

Наиболее совершенными в настоящее время считаются **термокомпрессионные дистилляторы** (рис. 19.15), конструкция которых разработана итальянской фирмой «Вопарасе».

Их преимущество перед дистилляторами других типов заключается в том, что для получения 1 л воды для инъекций необходимо израсходовать 1,1 л холодной водопроводной воды. В других аппаратах это соотношение составляет 1:9—1:15.



# Принцип работы

**аппарата** заключается в том, что образующийся в нем пар, перед тем как поступить в конденсатор, проходит через компрессор и сжимается. При охлаждении и конденсации он выделяет тепло, по величине, соответствующей скрытой теплоте парообразования, которая затрачивается на нагревание охлаждающей воды в верхней части трубчатого конденсатора. Питание аппарата водой осуществляется в направлении снизу вверх, выход дистиллятора — сверху вниз.

Производительность дистиллятора до 2,5 т/ч. Качество полученной апиrogenной воды высокое, так как капельная фаза испаряется на стенках трубок испарителя. Нагревание и кипение в трубках происходит равномерно, без перебросов, в тонком слое. Задерживанию капель из пара способствует также высота парового

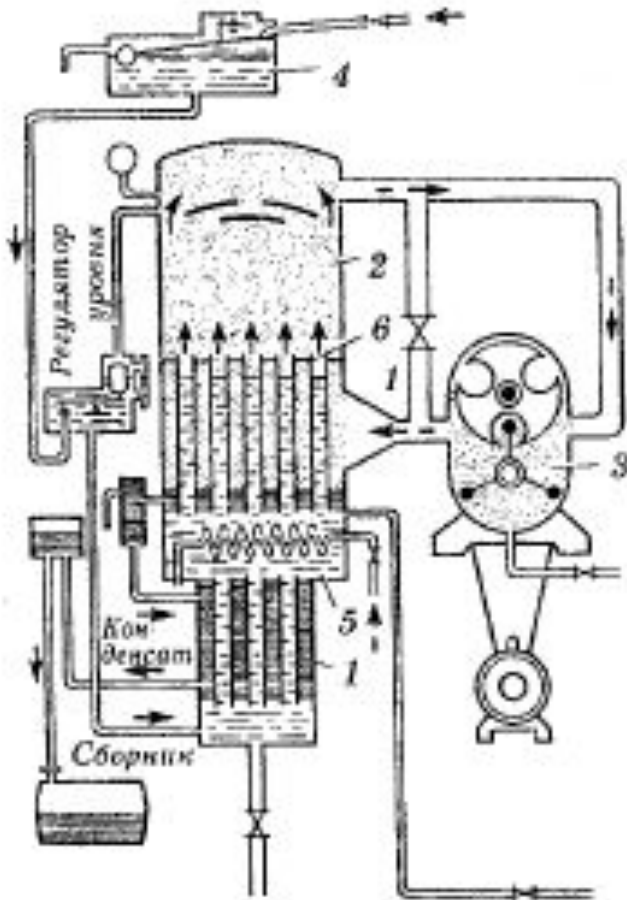
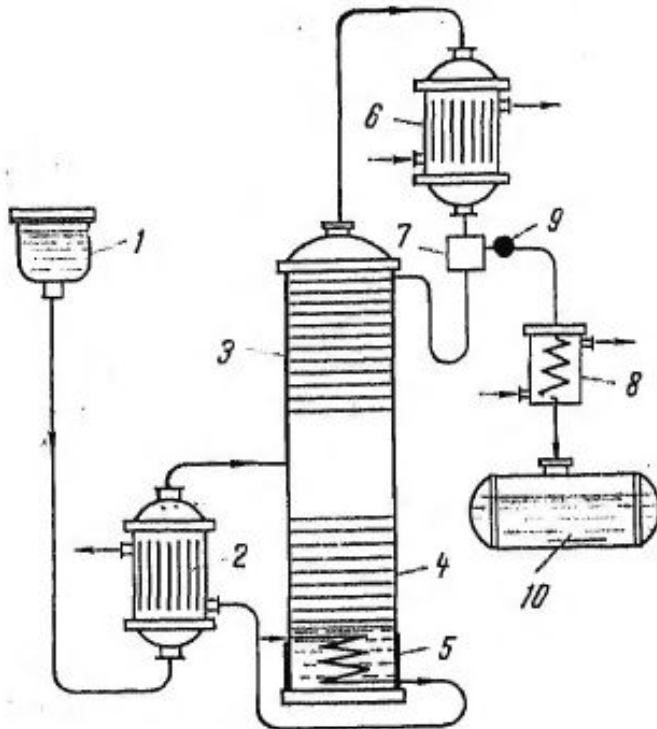


Рис.19.15. Принцип работы термокомпрессионного дистиллятора:  
1 — конденсатор-холодильник; 2 — паровое пространство; 3 — компрессор; 4 — регулятор давления; 5 — камера предварительного нагрева; 6 — трубки испарителя

# Спирт этиловый. Ректификация.

**Ректификация** (от лат. *rectificatio*—исправление, очистка) заключается в разделении смеси взаимосмешивающихся жидкостей с разной температурой кипения на индивидуальные компоненты, в системах, содержащих азеатропы — на азеатропную смесь и один из компонентов.



*Рис. 81.* Схема ректификационной установки.

1 — бункер; 2 — теплообменник; 3 — укрепляющая колонка; 4 — исчерпывающая колонка; 5 — кипятильник; 6 — дефлегматор; 7 — распределительный стакан; 8 — холодильник; 9 — вентиль, регулирующий отбор дистиллята; 10 — приемник.

**Ректификационные установки.** Процесс ректификации проводят в установках, которые состоят из **ректификационной колонны, перегонного куба, дефлегматора, конденсатора-холодильника и сборника** дистиллята.

Ректификационная колонна представляет собой цилиндрический аппарат **высотой от 15 до 30 м и диаметром от 1 до 6 м.** В зависимости от внутреннего устройства ректификационные колонны делят на **насадочные** (рис. 14.13) и **барботажные**, имеющие **ситчатые (рис.14.14) или колпачковые (рис 14.15) тарелки.**

Назначение внутреннего устройства — обеспечить наиболее тесный контакт паров, поднимающихся снизу, с жидкой фазой, стекающей по колонне сверху вниз. Дефлегматор (кожухотрубный теплообменник) предназначен для полной или частичной конденсации паров (при охлаждении водой, имеющей температуру 60—80 °С). Холодильник представляет собой концевой конденсатор, в котором происходит охлаждение дистиллята и конденсация паров, прошедших через дефлегматор и оставшихся в парообразном состоянии. Рекуперат поступает в перегонный куб, обогреваемый глухим паром, и доводится до кипения. Образующиеся пары поднимаются вверх, попадают в ректификационную колонну и далее в дефлегматор, откуда в виде конденсата, так называемой флегмы, возвращаются в верхнюю часть колонны.

**Насадочные колонны**, представляют собой цилиндрические аппараты. Для создания большей поверхности фазового контакта и интенсивности перемешивания жидкой и паровой фаз в них загружают насадку — твердые тела различной формы: шары, кольца, тонкостенные цилиндры, изготовленные из керамики, фарфора, стали. Насадки засыпают беспорядочно или правильными рядами в виде отдельных слоев, высотой от 1,5 до 3,0 м, между которыми устанавливают направляющие конусы, в зависимости от режима движения жидкости и пара насадочные колонны могут работать с различной эффективностью. В первом случае, когда поток пара является сплошным, а жидкость стекает по насадке тонкой пленкой, соприкосновение фаз определяется величиной поверхности насадки. Если движение пара ускоряется за счет барботирования через жидкость, контакт между фазами возрастает, что приводит к интенсификации процесса массообмена. При эмульгировании жидкость заполняет весь объем насадки, не занятый паром, и становится дисперсионной средой, а пар — дисперсной фазой, распределенной в жидкости, что еще больше увеличивает степень разделения смеси.

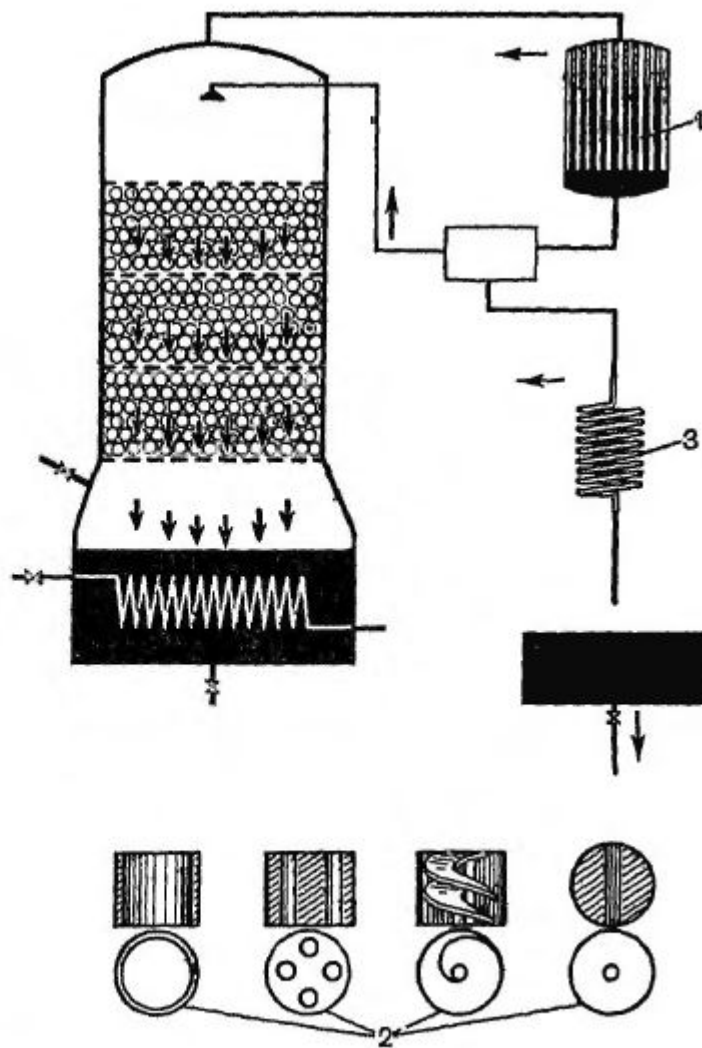
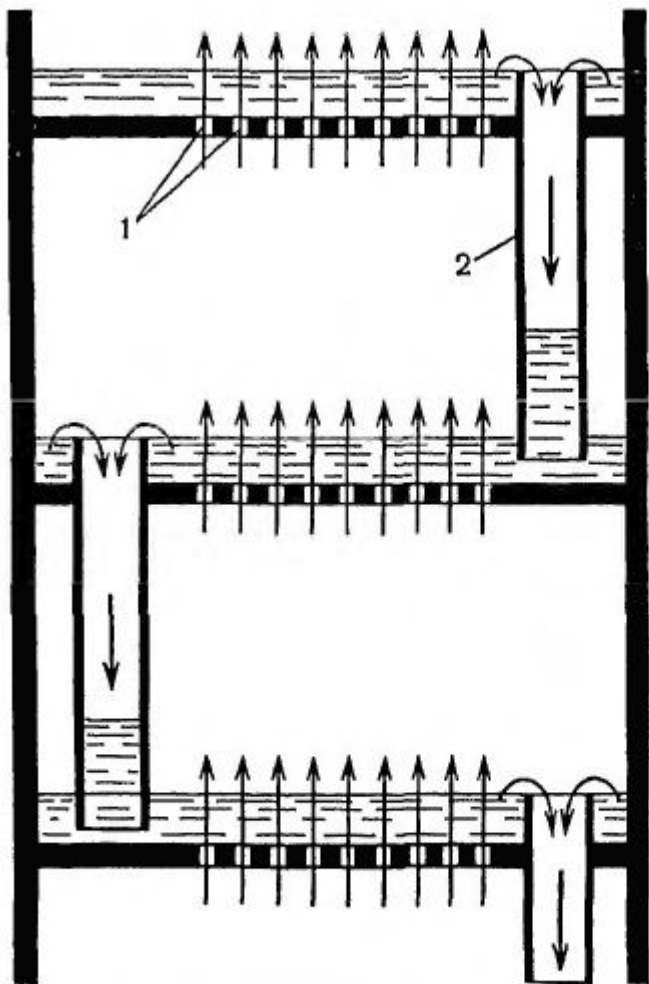


Рис. 14.13. Устройство насадочной ректификационной колонны  
1 дефлегматор, 2 насадки, 3 концевой холодильник

**Барботажные колонны** имеют ряд горизонтальных перегородок — тарелок. Режим их работы несколько отличается от насадочных колонн. Пар распределяется в жидкости в виде пузырьков и струй, образуя большую поверхность контакта.



**Ситчатые тарелки** имеют отверстия диаметром 2—5 мм, через которые проходит пар. Он барботирует через слой жидкости на тарелке высотой 25—30 мм, который поддерживается положением верхних концов переливных трубок, а снизу — давлением пара. Жидкость перетекает на следующую тарелку только по переливным трубкам. Взаимодействие между паром и жидкостью происходит на некотором расстоянии от дна тарелки в слое пены и брызг. Для нормальной работы колонны необходимо, чтобы пар имел давление, необходимое для преодоления гидростатического сопротивления жидкости на тарелке. Если давление пара недостаточно, то жидкость будет стекать через отверстия и затапливать колонну.

Рис 14 14. Устройство барботажной, тарельчатой колонны (ситчатой)

1 — ситчатая тарелка, 2 — переливная трубка

**Колпачковые тарелки** снабжены патрубками, накрытыми сверху колпачками. Пар проходит через слой жидкости, уровень которой на тарелке поддерживается переливными трубками. Нижние концы трубок опущены под уровень жидкости следующей тарелки, благодаря чему создается гидрозатвор, предотвращающий прохождение через них пара. Колонны различаются числом колпачков на тарелке. Барботажные колонны обеспечивают довольно хорошее разделение смеси.

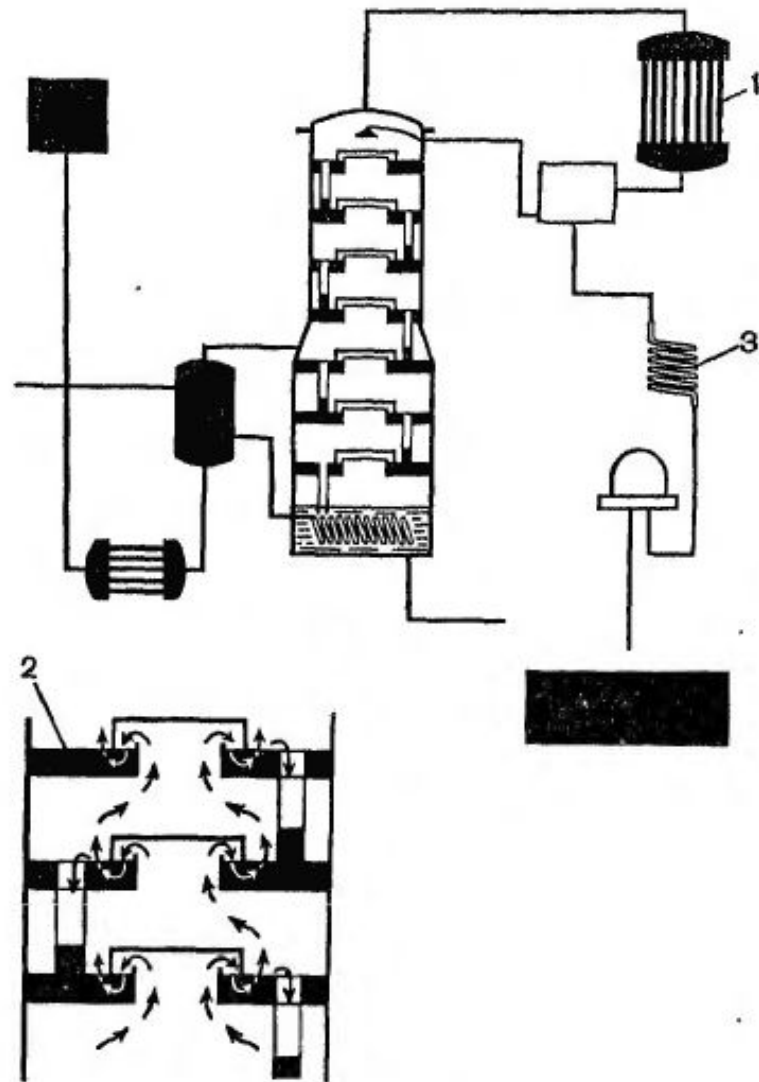


Рис. 14.15. Устройство барботажной, тарельчатой колонны (колпачковой).  
1 — дефлегматор; 2 — колпачковая тарелка; 3 — концевой холодильник.

Ректификационные колонки независимо от конструкции колонн могут быть как **периодического, так и непрерывного** действия

В ректификационных колоннах **периодического действия** вся смесь загружается в куб, где поддерживается ее постоянное кипение. Пар поступает в колонну, орошаемую флегмой, происходит его укрепление. Другая часть дистиллята из дефлегматора и концевого конденсатора, охлажденная до определенной температуры, попадает в сборник готового продукта. Ректификацию продолжают до тех пор, пока жидкость в кубе не достигнет заданного состава. После этого обогрев куба прекращают, остаток удаляют, а куб загружают новой смесью. В начале процесса в колонну поступают пары, богатые низкокипящим компонентом. В этот период в колонну необходимо подавать большое количество флегмы, чтобы выделить из паров содержащиеся в них высококипящий компонент. В ходе процесса кубовая жидкость обедняется низкокипящим компонентом, а пары все более обогащаются высококипящим. В связи с этим для получения дистиллята постоянного состава необходимо увеличивать количество флегмы. Если же его оставлять постоянным, то в дистилляте будет снижаться концентрация низкокипящего компонента (этанола). Недостатками колонн периодического действия

являются ухудшение качества готового продукта и потери тепла при загрузке и выгрузке куба. Они

устраняются в ректификационных **колоннах непрерывного** действия, состоящих из двух частей: нижней, в которой происходит отделение низкокипящего компонента из стекающей вниз флегмы, и верхней укрепляющей, назначение которой обогащать поднимающиеся вверх колонны пара низкокипящего компонента. Исходная смесь нагревается до кипения и непрерывно с определенной скоростью поступает в исчерпывающую часть колонны, затем в дефлегматор, из которого на верхнюю часть колонны подается одинаковое количество флегмы постоянного состава.