

А.Г. Липин, А.С. Кувшинова, В.Н. Исаев, А.А. Липин

МАССООБМЕННЫЕ ПРОЦЕССЫ

Лабораторный практикум



Иваново
2012

Министерство образования и науки Российской Федерации
Ивановский государственный химико-технологический университет

А. Г. Липин, А.С. Кувшинова, В.Н. Исаев, А.А. Липин

МАССООБМЕННЫЕ ПРОЦЕССЫ

Лабораторный практикум

Иваново 2012

УДК 66.025

Массообменные процессы : лабораторный практикум / А. Г. Липин [и др.]; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2012. - 117 с.

ISBN 978-5-9616-0455-9

Табл. 11. Ил. 48. Библиогр.: 8 назв.

В учебном пособии изложены теоретические аспекты выполнения лабораторного практикума по массообменным процессам химической технологии. Приведено описание лабораторных установок, рассмотрены методики проведения экспериментальных исследований и обработки полученных результатов.

Предназначено студентам всех направлений подготовки ИГХТУ дневного и заочного отделений, изучающим курс «Процессы и аппараты химической технологии». Может быть полезно магистрантам и аспирантам.

Печатается по решению редакционно-издательского совета Ивановского государственного химико-технологического университета.

Рецензенты:

кафедра теплогазоснабжения и вентиляции Ивановского государственного архитектурно-строительного университета;

доктор технических наук Е.Г. Авдюнин (Ивановский государственный энергетический университет)

© Липин А.Г., Кувшинова А.С.,
Исаев В.Н., Липин А.А., 2012

ISBN 978-5-9616-0455-9

© ФГБОУ ВПО «Ивановский
государственный химико-
технологический университет», 2012

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	4
Работа 1. Исследование процесса абсорбции в насадочной колонне	5
Работа 2. Исследование работы ректификационной колонны периодического действия	16
Работа 3. Исследование процесса периодической дистилляции с дефлегмацией.	34
Работа 4. Определение параметров воздуха и основных характеристик процесса испарения влаги по диаграмме состояния влажного воздуха	44
Работа 5. Исследование кинетики процесса сушки	67
Работа 6. Исследование процесса кристаллизации в кристаллизаторе периодического действия	84
Работа 7. Исследование процесса адсорбции	93
Работа 8. Исследование процесса обратного осмоса	100
Правила безопасной работы	110
Список библиографических источников	112
Приложение	113

ВВЕДЕНИЕ

Процессами массообмена называют процессы, в которых основную роль играет перенос вещества из одной фазы в другую. Массообменные процессы широко используются в промышленности для решения задач разделения жидких и газовых гомогенных смесей, их концентрирования, а также для защиты окружающей природной среды (прежде всего для очистки сточных вод и отходящих газов). Например, практически в каждом химическом производстве взаимодействие обрабатываемых веществ осуществляется в реакторе, в котором обычно происходит только частичное превращение этих веществ в продукты реакции. Поэтому выходящую из реактора смесь продуктов реакции и непрореагировавшего сырья подвергают разделению, для чего эту смесь направляют в массообменную аппаратуру, из которой непрореагировавшее сырьё возвращается в реактор, а продукты реакции направляются на дальнейшую переработку или использование.

Наибольшее распространение получили следующие массообменные процессы: абсорбция, перегонка и ректификация, жидкостная экстракция, адсорбция, ионный обмен, сушка, растворение и экстрагирование из твердых тел, кристаллизация, мембранные процессы.

Во всех перечисленных выше процессах общим является переход вещества из одной фазы в другую. Процесс перехода вещества из одной фазы в другую в направлении достижения равновесия называют массопередачей. В отличие от теплопередачи, которая происходит обычно через стенку, массопередача осуществляется, как правило, при непосредственном соприкосновении фаз (за исключением мембранных процессов). При этом поверхность контакта фаз может быть подвижной (система газ-жидкость, пар-жидкость, жидкость-жидкость) или неподвижной (газ-твердое тело, пар-твердое тело, жидкость-твердое тело).

Перенос вещества внутри фазы – из фазы к границе раздела фаз или наоборот – от границы раздела в фазу – называют массоотдачей.

РАБОТА № 1. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА АБСОРБЦИИ В НАСАДОЧНОЙ КОЛОННЕ

Цель работы: практическое ознакомление с процессом абсорбции в насадочной колонне, составление материального баланса процесса, построение рабочей и равновесной линии в диаграмме $\bar{Y} = f(\bar{X})$, определение средней движущей силы процесса, коэффициентов массоотдачи и массопередачи, общей высоты единиц переноса.

Теоретические основы

Абсорбцией называется процесс избирательного поглощения газов или паров из газовых или парогазовых смесей жидкими поглотителями. Поглощаемый газ (абсорбтив) при физической абсорбции не взаимодействует с поглотителем (абсорбентом). При этом газовая фаза, в которой находится абсорбтив, а также абсорбент являются инертными носителями поглощаемого газа. Максимальное количество абсорбтива, которое может поглотить (растворить) абсорбент, зависит от свойств газа и жидкости, давления и температуры. Оно определяет равновесное состояние между газовой и жидкой средами. Это состояние описывается законом Генри:

$$P^* = Ex, \quad (1.1)$$

где P^* - парциальное давление абсорбтива над абсорбентом в условиях равновесия; x – мольная доля поглощаемого газа в абсорбенте; E – константа Генри (зависит от температуры и природы газа), имеющая размерность давления.

В соответствии с законом Дальтона парциальное давление компонента в газовой смеси пропорционально его мольной доле y :

$$P^* = Py, \quad (1.2)$$

где P – общее давление газовой смеси.

Формула (1.1) с учётом (1.2) может быть преобразована в уравнение (1.3), представляющее собой уравнение равновесной линии:

$$y^* = \frac{E}{P} x, \quad (1.3)$$

где y^* – равновесная концентрация абсорбтива в газовой фазе над раствором с концентрацией x ; E и P – должны иметь одну и ту же размерность. Если концентрация поглощаемого газа выражена в относительных массовых долях, то есть (кг поглощаемого газа)/(кг инертной фазы), то уравнение (1.3) примет вид:

$$\bar{Y}^* = \frac{M_a E}{M_r P} \frac{\bar{X}}{\frac{M_a}{M_j} + \bar{X}(1 - \frac{E}{P})}. \quad (1.4)$$

Здесь \bar{Y}^* – равновесная концентрация абсорбтива в газовой фазе; \bar{X} – рабочая (текущая) концентрация абсорбтива в абсорбенте; M_j , M_r , M_a – молекулярные массы абсорбента, инертной газовой фазы и поглощаемого газа.

Значения константы Генри (E) определяют по таблицам в справочной литературе.

При поглощении аммиака из аммиачно-воздушной смеси водой константа Генри в интервале температур от 0 до 50⁰С представлена в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Константа Генри E для аммиака

Температура, ⁰ С	0	10	20	30	40	50
E , ат	0,274	0,485	0,823	1,36	2,15	3,36

По уравнению (1.4) строится равновесная линия процесса абсорбции, интерпретирующая связь между равновесной концентрацией абсорбтива в газовой среде (\bar{Y}^*) и её текущим значением для жидкой фазы (\bar{X}).

Для изотермической абсорбции, когда теплотой растворения поглощаемого газа в абсорбенте можно пренебречь, равновесная линия, построенная по уравнению (1.4), представляет прямую, проходящую через начало координат и точку с координатами \bar{X} и \bar{Y}^* (рис.1).

Материальный баланс процесса абсорбции составляется по распределяемому компоненту, исходя из того, что количество абсорбтива,

поступающего в аппарат с инертными газовой и жидкой фазами, равно его количеству, уходящему из абсорбера с теми же фазами:

$$G\bar{Y}_H + L\bar{X}_H = G\bar{Y}_K + L\bar{X}_K, \quad (1.5)$$

где G и L – массовые расходы инертной газовой фазы и абсорбента, кг/с.

Из уравнения (1.5) определяют массу абсорбтива M , ушедшего из газовой фазы и поглощенного абсорбентом в единицу времени, кг/с :

$$M = G(\bar{Y}_H - \bar{Y}_K) = L(\bar{X}_K - \bar{X}_H). \quad (1.6)$$

Для произвольного сечения аппарата уравнение (1.5) может быть представлено в виде:

$$G\bar{Y}_H + L\bar{X} = G\bar{Y} + L\bar{X}_K. \quad (1.7)$$

Уравнение (1.7) характеризует связь между текущими значениями концентраций абсорбтива в газовой \bar{Y} и \bar{X} жидкой фазах. Его называют уравнением рабочей линии процесса абсорбции:

$$\bar{Y} = \frac{L}{G}\bar{X} + (\bar{Y}_H - \frac{L}{G}\bar{X}_K) \quad (1.8)$$

или

$$\bar{Y} = \ell\bar{X} + B. \quad (1.9)$$

Уравнения (1.8) и (1.9) представляют собой прямую линию, тангенс угла наклона которой равен $\frac{L}{G} = \ell$. Отрезок, отсекаемый продолжением рабочей

линии на оси ординат, равен свободному члену $B = \bar{Y}_H - \ell\bar{X}_K$. Отношение

$\frac{L}{G} = \ell$ - называется удельным расходом абсорбента и является одной из

основных характеристик процесса абсорбции. Рабочая линия строится в фазовой диаграмме $\bar{Y} = f(\bar{X})$ и проходит через две точки с координатами (\bar{X}_K, \bar{Y}_H) и (\bar{X}_H, \bar{Y}_K) (рис.1.1).

Уравнение массопередачи для процесса абсорбции:

$$\bar{M} = K_{\bar{Y}}F\Delta\bar{Y}_{cp}, \quad (1.10)$$

где M – масса поглощенного абсорбтива, кг/с, определяется из уравнения (1.6); $K_{\bar{Y}}$ – коэффициент массопередачи, кг/(м²·с); F – межфазная поверхность взаимодействия фаз, м²; $\Delta\bar{Y}_{\text{cp}}$ – средняя движущая сила процесса, кг/кг.

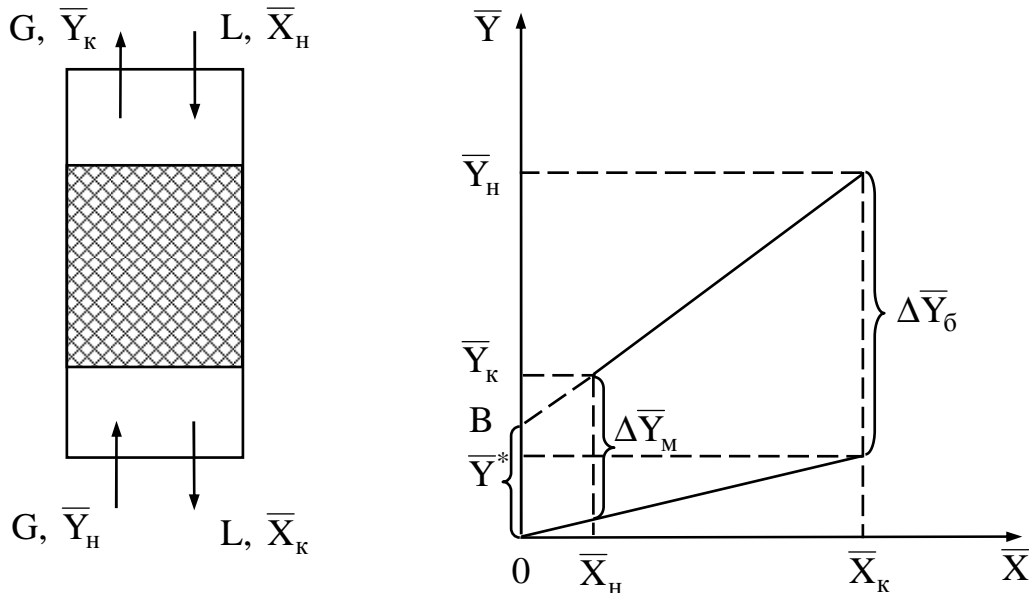


Рис. 1.1. Схема и фазовая диаграмма процесса абсорбции

Величина $\Delta\bar{Y}_{\text{cp}}$ рассчитывается по формуле:

$$\Delta\bar{Y}_{\text{cp}} = \frac{\bar{Y}_H - \bar{Y}_k}{\int_{\bar{Y}_k}^{\bar{Y}_H} \frac{d\bar{Y}}{\bar{Y} - \bar{Y}^*}} = \frac{\bar{Y}_H - \bar{Y}_k}{n_{\bar{Y}}}, \quad (1.11)$$

где $n_{\bar{Y}} = \int_{\bar{Y}_k}^{\bar{Y}_H} \frac{d\bar{Y}}{\bar{Y} - \bar{Y}^*}$ число единиц переноса по газовой фазе, которое характеризует количество перешедшего из фазы в фазу абсорбтива (изменение рабочей концентрации), приходящееся на единицу движущей силы. Число единиц переноса для неизотермической абсорбции определяется графическим интегрированием. Для изотермической абсорбции, когда равновесная линия является прямой, средняя движущая сила может быть рассчитана как среднелогарифмическая:

$$\Delta Y_{cp} = \frac{\Delta \bar{Y}_6 - \Delta \bar{Y}_m}{\ln \frac{\Delta \bar{Y}_6}{\Delta \bar{Y}_m}}, \quad (1.12)$$

где ΔY_6 , ΔY_m – большая и меньшая движущая сила процесса, определяется как разность между рабочими и равновесными концентрациями на входе и выходе из аппарата.

В этом случае число единиц переноса определяется по уравнению:

$$n_{\bar{Y}} = \frac{\bar{Y}_H - \bar{Y}_K}{\Delta \bar{Y}_{cp}}. \quad (1.13)$$

Высота слоя насадки (Н, м) может быть рассчитана:

$$H = h_{0\bar{Y}} n_{\bar{Y}}; \quad (1.14)$$

$$h_{0\bar{Y}} = \frac{G}{K_{\bar{Y}} 0,785 D_a^2 \sigma}, \quad (1.15)$$

где $h_{0\bar{Y}}$ – общая высота единицы переноса (ВЕП) по газовой фазе, которая по физическому смыслу представляет собой высоту слоя насадки, соответствующую одной единице переноса; D_a – диаметр абсорбционной колонны; σ – удельная поверхность насадки.

Коэффициент массопередачи по газовой фазе $k_{\bar{Y}}$ определяется:

$$K_{\bar{Y}} = \frac{1}{1/\beta_{\bar{Y}} + m/\beta_{\bar{X}}}, \quad (1.16)$$

где $\beta_{\bar{Y}}$ и $\beta_{\bar{X}}$ – коэффициенты массоотдачи по газовой и жидкой фазам;

$m = \frac{E M_{ж}}{P M_{г}}$ – константа фазового равновесия.

Уравнение (1.15) с учётом (1.16) приводится к виду:

$$h_{0\bar{Y}} = h_{\bar{Y}} + \frac{h_{\bar{X}}}{A}, \quad (1.17)$$

где $h_{\bar{Y}} = \frac{G}{\beta_{\bar{Y}} 0,785 D_a^2 \sigma}$ – высота единицы переноса в газовой фазе;

$h_{\bar{X}} = \frac{L}{\beta_{\bar{X}} 0,785 D_a^2 \sigma}$ – высота единицы переноса в жидкой фазе; $A = \frac{L}{mG}$ –

фактор процесса массопередачи.

Для неупорядоченно загруженных насадок высота единиц переноса в газовой $h_{\bar{Y}}$ и жидкой фазах $h_{\bar{X}}$ рассчитывается по формулам (1.18) и (1.19):

$$h_{\bar{Y}} = 0,615 d_э \cdot Re_{\Gamma}^{0,345} (Pr_{\Gamma})^{0,667}; \quad (1.18)$$

$$h_{\bar{X}} = 119 \delta_{пр} \cdot Re_{ж}^{0,25} (Pr_{ж})^{0,5}, \quad (1.19)$$

где $d_э = 4 \frac{\varepsilon}{\sigma}$ – эквивалентный диаметр насадки; ε – доля свободного объёма

насадки; $Re_{\Gamma} = \frac{\omega_{\Gamma} \cdot d_э \cdot \rho_{\Gamma}}{\mu_{\Gamma}}$ – критерий Рейнольдса для газовой фазы;

$\omega_{\Gamma} = \frac{G}{\rho_{\Gamma} \cdot 0,785 D_a^2}$ – фиктивная скорость газовой фазы; ρ_{Γ} и μ_{Γ} – плотность и

вязкость газовой фазы; $\delta_{пр} = \left(\frac{v_{ж}^2}{g} \right)^{0,33}$ – приведённая толщина плёнки

жидкости; $Re_{ж} = \frac{4 \cdot L}{0,785 D_a^2 \sigma \mu_{ж}}$ – критерий Рейнольдса для жидкой фазы;

$\mu_{ж}$ – вязкость жидкости; $Pr_{д.г} = \frac{v_{\Gamma}}{D_{\Gamma}}$; $Pr_{д.ж} = \frac{v_{ж}}{D_{ж}}$ – диффузионные критерии

Прандтля для газовой и жидкой фаз; v_{Γ} и $v_{ж}$ – кинематический коэффициент вязкости газовой и жидкой фаз; D_{Γ} и $D_{ж}$ – коэффициенты молекулярной диффузии поглощаемого газа в газовой и жидкой фазах, m^2/c .

При поглощении аммиака из аммиачно-воздушной смеси водой D_{Γ} и $D_{ж}$ определяются по уравнениям (1.20) и (1.21):

$$D_{\Gamma} = 17 \cdot 10^{-6} \frac{P_0}{P} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1,5}; \quad (1.20)$$

$$D_{ж} = 1,8 \cdot 10^{-9} [1 + 0,02(t - 20)], \quad (1.21)$$

где $P_0 = 760$ мм рт. ст.; $T_0 = 273$ К; t – температура процесса абсорбции, $^{\circ}C$;

$T = (T_0 + t)$, К; $P = (P_{ат} + P_{изб})$ – абсолютное давление в абсорбере, мм рт. ст.

Описание лабораторной установки и методика проведения эксперимента

Установка состоит из абсорбера 1, выполненного из органического стекла и имеющего в верхней части брызгоотделитель 3 и в нижней части сборник воды 4, снабженный смотровым стеклом 5. Корпус абсорбера наполнен насадкой из винипластовых колец Рашига 2, уложенных на распределительной решётке 24 (рис.1.2).

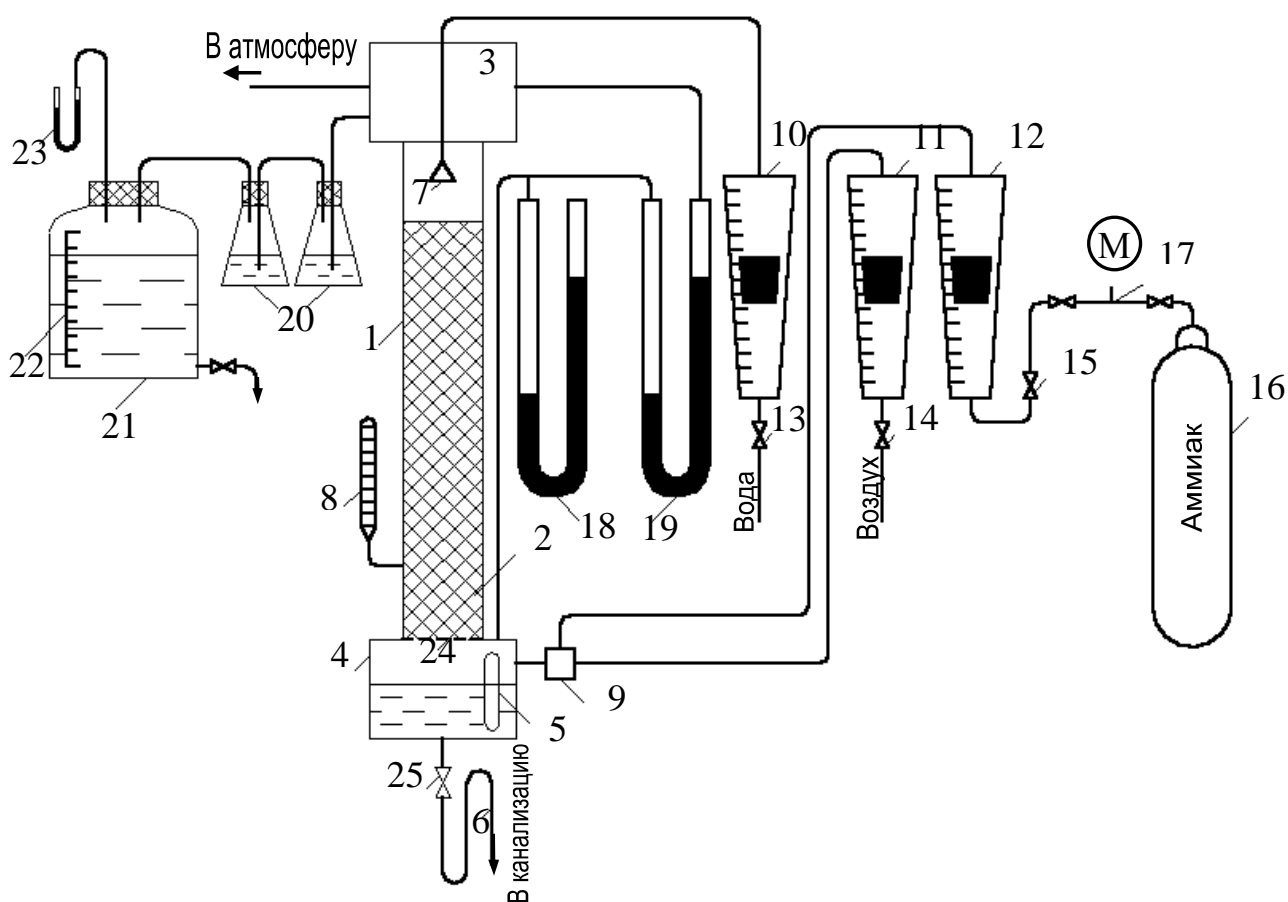


Рис. 1.2. Схема насадочной абсорбционной установки для поглощения аммиака водой: 1- абсорбер; 2 – насадка из винипластовых колец Рашига; 3 – брызгоотделитель; 4 – сборник воды; 5 – смотровое стекло; 6 – гидрозатвор; 7 – разбрызгиватель; 8 – термометр; 9 – смеситель; 10, 11, 12 – ротаметры; 13, 14, 15 – вентили; 16 – баллон с аммиаком; 17 – редуктор; 18, 19, 23 – дифференциальные манометры; 20 – поглотительные склянки; 21 – аспиратор; 22 – шкала аспиратора; 24 – распределительная решетка; 25 – сливной кран. Высота слоя насадки $H = 1,24$ м; диаметр колонны $D_a = 58$ мм

Смесь воздуха с аммиаком готовится в смесителе 9, куда через ротаметр 11 поступает воздух из линии сжатого воздуха и через ротаметр 12 аммиак из баллона 16. Расход воздуха регулируется вентилем 14, а аммиака – редуктором 17 и вентилем 15. Вода поступает в абсорбер через вентиль 13, ротаметр 10 и разбрызгиватель 7. Прошедшая через насадку вода, собирается в сборнике 4, откуда отводится через сливной кран 25 и гидрозатвор 6. Температура в насадке измеряется термометром 8, сопротивление аппарата – дифференциальным манометром 19, а избыточное давление газа на входе в аппарат U-образным манометром 18. Манометры 18 и 19 заполнены водой.

Перед включением установки в работу необходимо:

1. Визуально проверить её исправность.
2. Заполнить аспиратор 21 водопроводной водой (объём воды в аспираторе контролируется по шкале 22 и перед началом работы должен быть не менее 2 литров).
3. В поглотительные склянки 20 залить по 25 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты, 2-3 капли индикатора метилового красного и добавить дистиллированной воды с таким расчётом, чтобы высота в них была 1,5-2 см.
4. Собрать систему для анализа газа на выходе из аппарата, как это показано на рис.1.2, и по манометру 23 уравнять давление внутри аспиратора с атмосферным.
5. Вентилем 14 включить воздух в систему и установить заданный его расход по ротаметру 11.
6. При помощи редуктора 17 и вентиля 15 по ротаметру 12 устанавливается заданный расход аммиака.

Работать с баллоном 16 разрешается только учебному мастеру или преподавателю!

7. При помощи вентиля 13 в систему пускается вода, расход которой контролируется и регулируется по ротаметру 10.

8. Дифманометром 19 измеряется сопротивление орошаемой насадки, а манометром 18 – избыточное давление газовой смеси на входе в аппарат.
9. По установлении режима (через 5-10 минут) после пуска воды отбирается проба газовой смеси на выходе из аппарата. Для этого открывается сливной кран аспиратора 21 и через поглотительные склянки 20 за счёт создающегося в аспираторе 21 разряжения просасывается исследуемый газ, объём которого контролируется по количеству воды, вытекающей из аппарата, и должен быть равен одному литру. Давление в аспираторе по манометру 23 уравнивается с атмосферным, после чего по шкале 22 замеряется объём вытекающей из него воды. Избыток кислоты в поглотительных склянках 20 оттитровывается 0,1 н. раствором щелочи.
10. Замеряется температура в абсорбере по термометру 8, после чего установка выключается.

Полученные в результате эксперимента данные сводятся в табл. 1.2.

Таблица 1.2

$t =$ °С; $P_{ат} =$ мм рт.ст; $K_K =$; $K_{щ} =$

Расход воздуха		Расход аммиака		Расход воды		Объем щелочи, пошедшей на титрование, мл	Объем кислоты, залитой в склянки	Объем воды, вытекшей из аспиратора, мл	Избыточное давление в системе, мм вод.ст.
Деления ротаметра	кг/с	Деления ротаметра	кг/с	Деления ротаметра	кг/с				

$K_K, K_{щ}$ – титры кислоты и щелочи соответственно.

Характеристики насадки (σ и ϵ) и размеры аппарата (H и D_a) приведены на схеме установки. По полученным данным производится расчёт.

Обработка результатов эксперимента

1. Начальная концентрация аммиака в воздухе:

$$\bar{Y}_H = \frac{G_a}{G} \quad \frac{\text{кг NH}_3}{\text{кг воздуха}},$$

где G , G_a – расходы воздуха и аммиака определяются по калибровочным графикам ротаметров.

2. Конечная концентрация аммиака в воздухе y_k (м.д.) определяется на основании анализа пробы газа:

$$y_k = \frac{2,24(K_k b - K_{щ} a)}{\frac{VT_0 P_{ат}}{TP_0} + 2,24 \cdot (K_k b - K_{щ} a)},$$

здесь b – общий объём 0,1 н. раствора кислоты, налитой в обе поглотительные склянки, мл; a – общий объём 0,1 н. раствора щёлочи, пошедшей на титрование избытка кислоты в обеих поглотительных колбах, мл; V – объём воды, вытекшей из аспиратора, мл.

Относительная массовая концентрация аммиака на выходе из абсорбера:

$$\bar{Y}_K = \frac{17y_k}{29(1 - y_k)} \quad \frac{\text{кг NH}_3}{\text{кг воздуха}}.$$

3. Количество аммиака, поглощаемого водой:

$$M = G(\bar{Y}_H - \bar{Y}_K) \quad \text{кг/с.}$$

4. Так как $\bar{X}_H = 0$, то конечная концентрация аммиака в воде определяется из уравнения (1.6):

$$\bar{X}_K = \frac{M}{L} \quad \frac{\text{кг NH}_3}{\text{кг воды}}.$$

5. Равновесная концентрация аммиака в воздухе на входе в абсорбер \bar{Y}_H^* рассчитывается по уравнению (1.4) при подстановке $\bar{X} = \bar{X}_K$. Соединяя точку с координатами (\bar{Y}_H^*, \bar{X}_K) прямой линией с началом координат, получают равновесную линию (рис.1.1).

6. Рабочая линия процесса строится по двум точкам (\bar{Y}_H, \bar{X}_K) и $(\bar{Y}_K, \bar{X}_H = 0)$.

7. Определение средней движущей силы процесса ($\Delta\bar{Y}_{cp}$) ведётся по уравнению (1.12).

8. Число единиц переноса ($n_{\bar{Y}}$) рассчитывается по формуле (1.13).

9. Опытное значение общей высоты единиц переноса ($h_{0\bar{Y}}$) и коэффициента массопередачи по газовой фазе ($K_{\bar{Y}}$) определяют из уравнений (1.14) и (1.10) по выражениям:

$$K_{\bar{Y}} = \frac{M}{0,785D_a^2 \sigma \Delta\bar{Y}_{cp} H} \quad \text{кг / (м}^3 \cdot \text{с);}$$

$$h_{0\bar{Y}}^0 = \frac{H}{n_{\bar{Y}}} \quad \text{м.}$$

10. Делают выводы по работе.

Вопросы для самопроверки

1. Определение и назначение процесса абсорбции.
2. Тепловой эффект процесса абсорбции?
3. Как влияют температура и давление на равновесие процесса абсорбции?
4. Уравнение, описывающее равновесие процесса абсорбции. Коэффициент Генри.
5. Материальный баланс процесса абсорбции.
6. Уравнение линии рабочих концентраций и порядок её построения.
7. Удельный расход абсорбента, влияние его значения на работу абсорбера.
8. Движущая сила процесса, её расчёт.
9. Число единиц переноса, его физический смысл и порядок определения.
10. Коэффициенты массоотдачи и массопередачи. Факторы, влияющие на их величину.
11. Высота, эквивалентная единице переноса. Факторы, влияющие на её величину.
12. Методика проведения опыта и обработка его результатов.

Работа № 2. Исследование работы ректификационной колонны периодического действия

Ректификацией называется процесс разделения жидких однородных смесей на составляющие вещества или группы составляющих веществ в результате противоточного взаимодействия паровой и жидкой смесей.

Разделение жидкой смеси основано на различной летучести веществ. При ректификации исходная смесь делится на две части: дистиллят – смесь, обогащенную легколетучим компонентом (ЛЛК), и кубовый остаток – смесь, обогащенную труднолетучим компонентом (ТЛК). Легколетучим в процессе испарения является компонент с более низкой температурой кипения.

Процесс ректификации осуществляется в ректификационной установке непрерывно или периодически. В первом случае разделяемая смесь, предварительно подогретая до температуры кипения, подается в установку непрерывно. Подача ее осуществляется в среднюю часть, так называемую питающую тарелку колонны, которая делит весь аппарат на нижнюю и верхнюю часть (рис. 2.1).

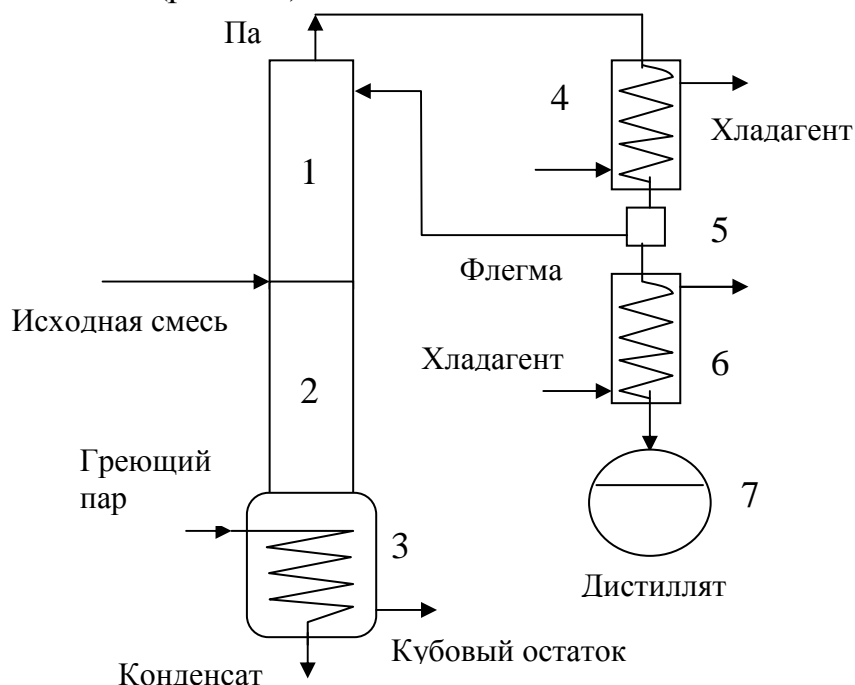


Рис. 2.1. Схема ректификационной установки непрерывного действия: 1 – верхняя часть колонны; 2 – нижняя часть колонны; 3 – куб колонны; 4 – дефлегматор; 5 – отделитель флегмы; 6 – холодильник; 7 – сборник готового продукта

Нижняя часть аппарата работает как отгонная – в ней происходит удаление легколетучего компонента из разделяемой смеси, а верхняя часть как укрепляющая. В верхней части ректификационной колонны происходит обогащение паровой фазы легколетучим компонентом. Установка в этом случае обычно работает в установившемся режиме, что позволяет получать продукт и кубовый остаток с постоянной по времени концентрацией легколетучего компонента.

При осуществлении периодического процесса (рис. 2.2) разделяемая смесь предварительно заливается в испаритель – куб колонны, доводится до кипения и испаряется. Образовавшийся пар проходит через колонну, орошаемую подаваемой сверху флегмой, представляющую собой часть сконденсированного продукта. При взаимодействии флегмы и паровой фазы последняя обогащается легколетучим компонентом. Установка периодического действия работает в нестационарном режиме, то есть концентрация легколетучего компонента и в кубе во времени непрерывно уменьшается при условии, что расход флегмы постоянен.

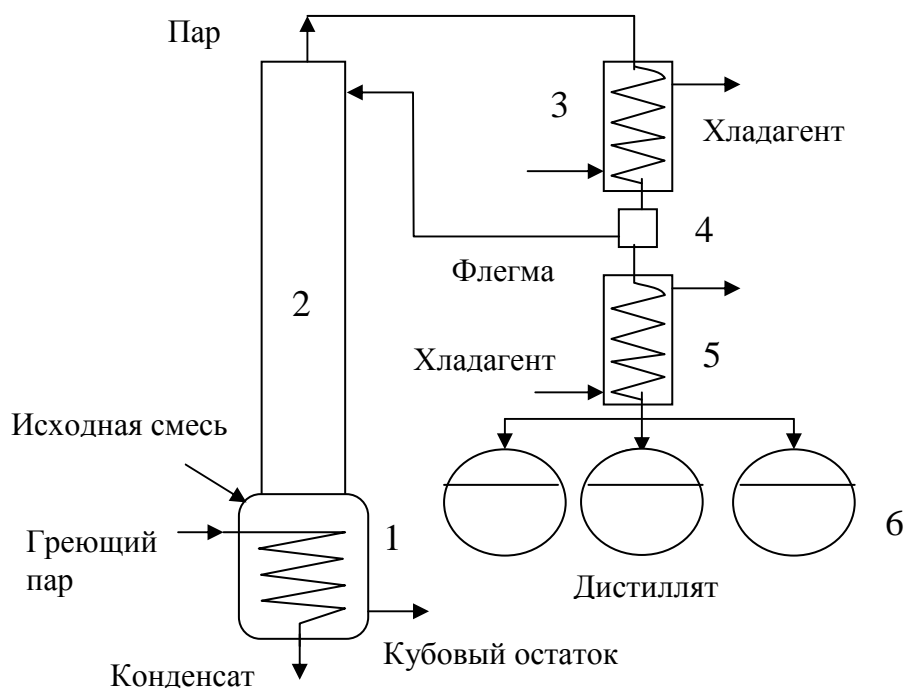


Рис. 2.2. Схема ректификационной установки периодического действия:
 1 – куб колонны; 2 – ректификационная колонна; 3 – дефлегматор; 4 –
 отделитель флегмы; 5 – холодильник; 6 – сборники готового продукта

Сущность процесса ректификации состоит в частичном испарении исходной смеси с отводом и последующей конденсацией образовавшейся паровой фазы. Получившийся конденсат снова частично испаряется, конденсируется и т.д. За счет этого образуется продукт, обогащенный легколетучим компонентом (ЛЛК). Наглядно это можно иллюстрировать построением процесса на диаграмме температура – состав (рис. 2.3).

Исходная смесь (точка D), обогащенная труднолетучим компонентом (ТЛК) В, имеющим температуру кипения t_B , нагревается до температуры кипения (линия Da) и частично испаряется (линия ab), при этом образуется пар, обогащенный ЛЛК А. Получившийся пар конденсируется (линия bc), и образовавшийся конденсат снова частично испаряется (линия cd) и т.д. до тех пор, пока получится продукт – дистиллят заданного состава (точка C), обогащенный ЛЛК А.

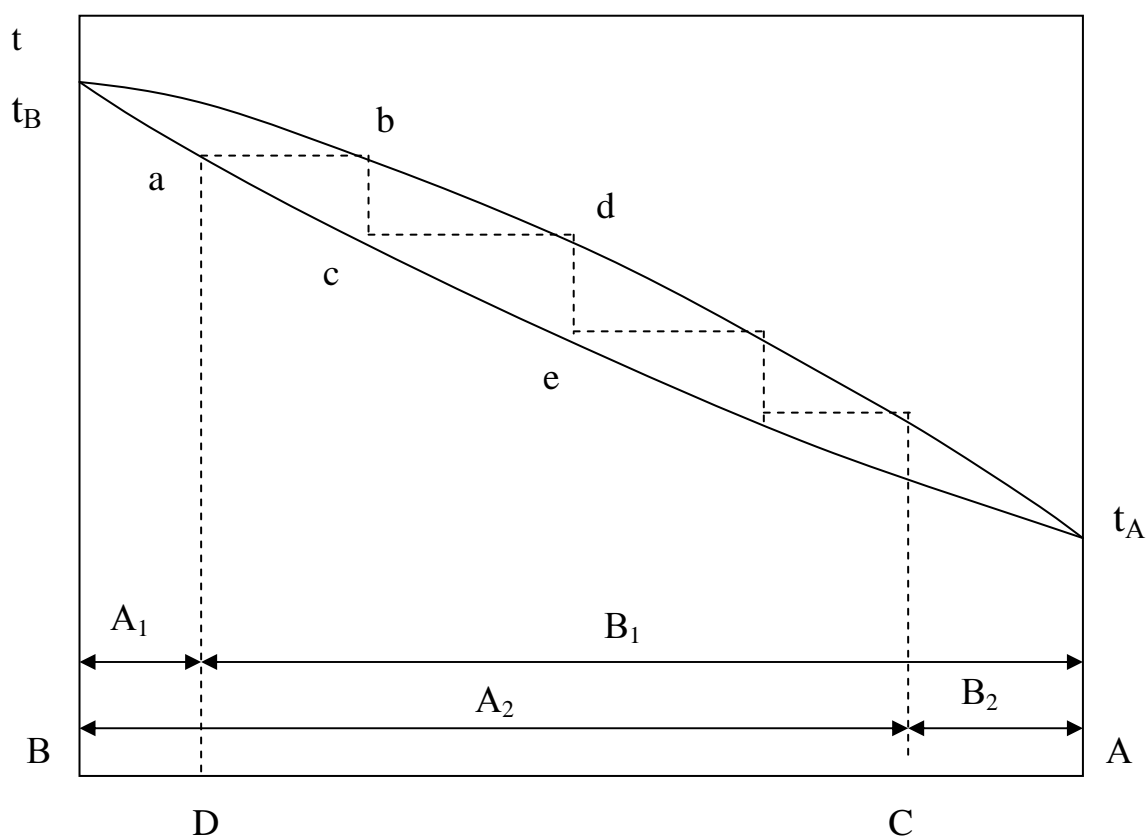


Рис. 2.3. Процесс ректификации на диаграмме температура – состав

На практике ректификация проводится в колонных аппаратах барботажного (рис. 2.4) или насадочного (рис. 2.5) типа, принцип работы которых заключается в постоянном тепло- и массообмене между поднимающимся в колонне паром и стекающей жидкостью – флегмой.

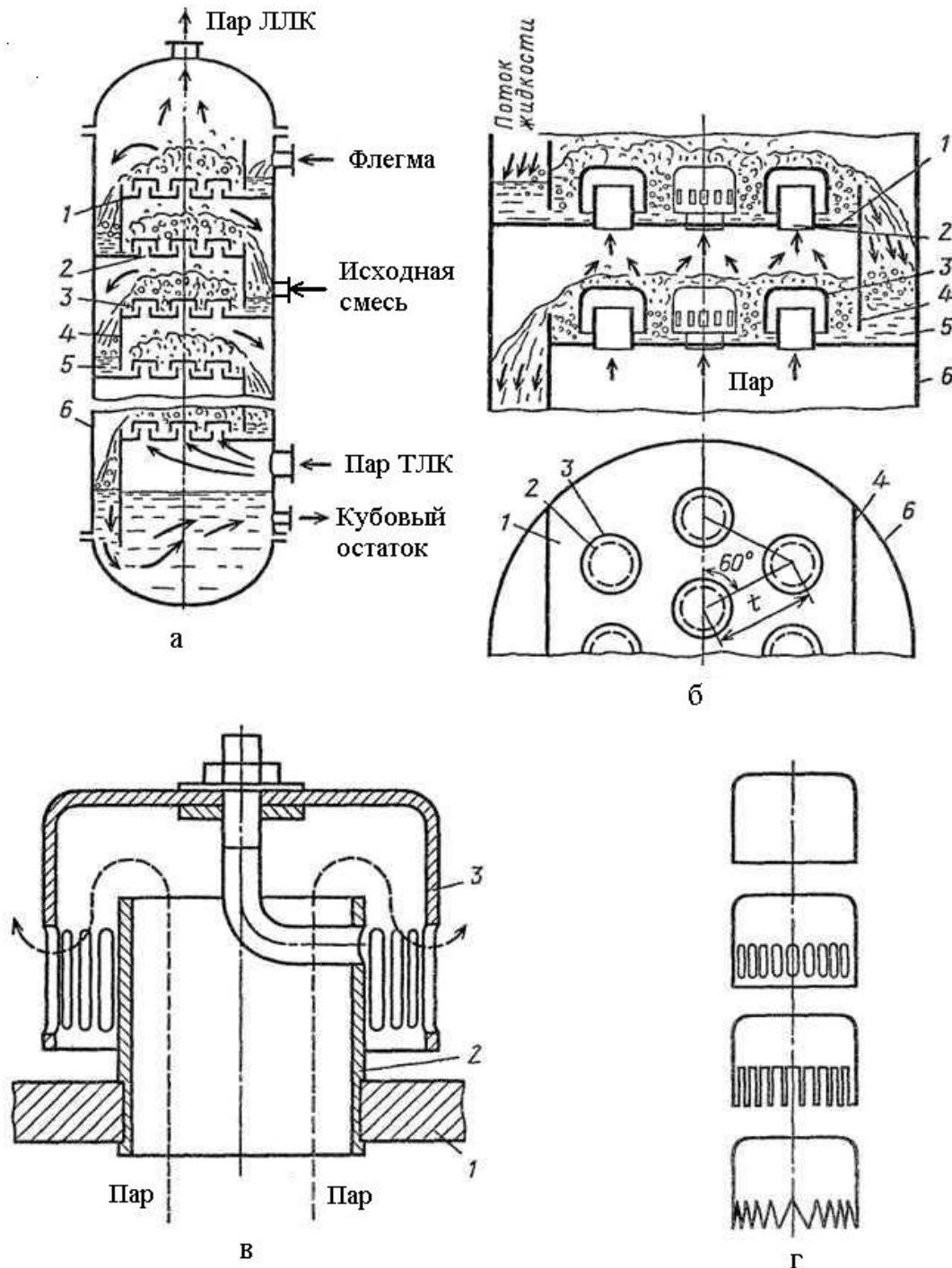


Рис. 2.4. Устройство колонны и колпачковых тарелок:

а – колонна с тарелками; б – две соседние тарелки; в – капсульный колпачок; г – формы капсульных колпачков; 1 – тарелка; 2 – паровые патрубки; 3 – колпачки; 4 – переточные перегородки с порогами; 5 – гидравлические затворы; 6 – корпус колонны

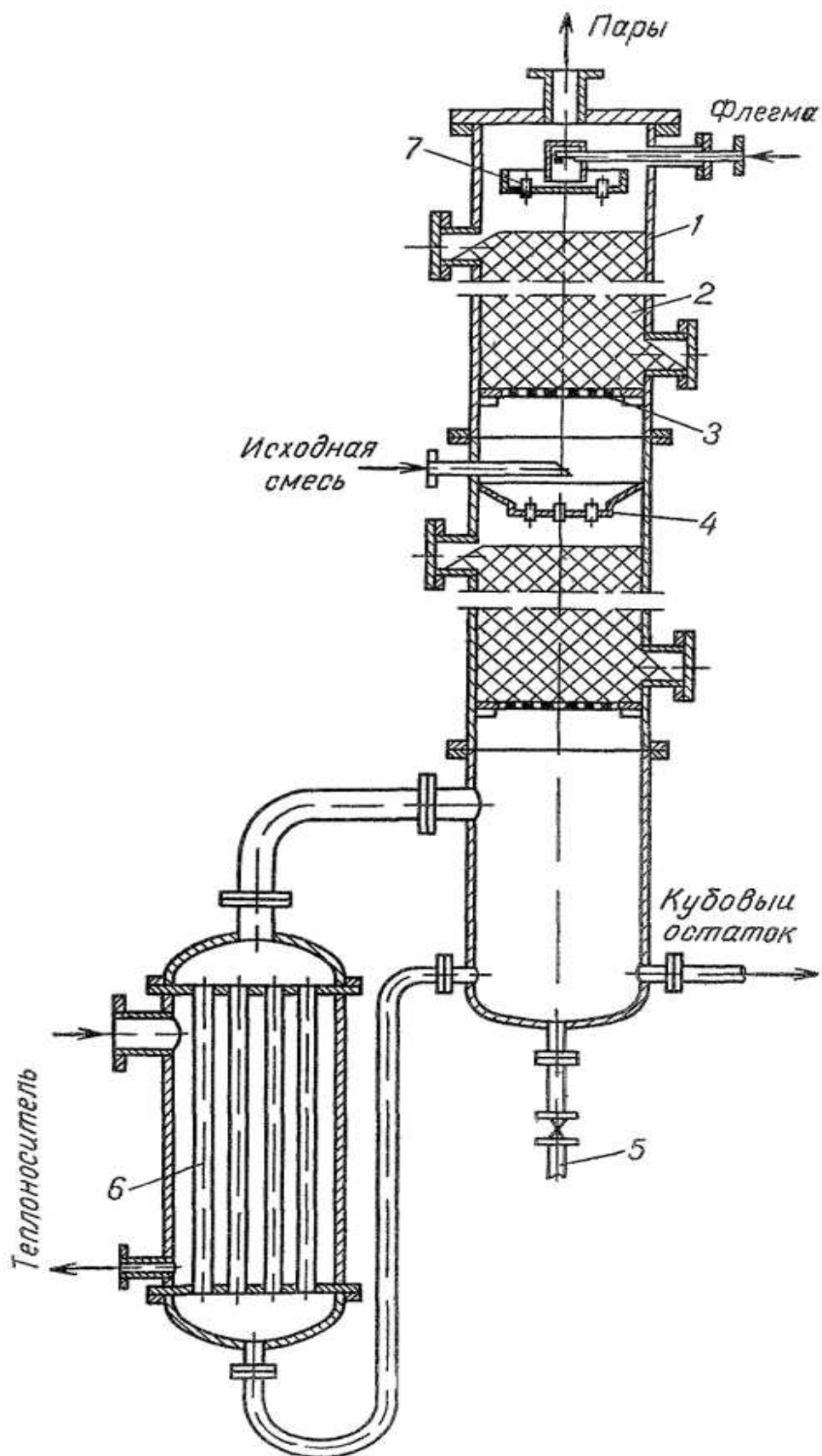


Рис. 2.5. Насадочная ректификационная колонна с кипятильником:

- 1 – корпус; 2 – насадка; 3 – опорная решетка; 4 – перераспределитель флегмы;
 5 – патрубок для слива кубового остатка; 6 – кипятильник; 7 – ороситель

Рассмотрим механизм взаимодействия флегмы и пара на колпачковой тарелке. Пар, образовавшийся в испарителе колонны, поступает на первую тарелку и проходит через паровые патрубки колпачков. Колпачки погружены на некоторый уровень в жидкую фазу. В результате этого паровая фаза проходит через прорези колпачков и барботирует в виде пузырьков в жидкой фазе, обеспечивая тем самым поверхность контакта между паровой и жидкой фазами и протекание на этой поверхности тепло- массообменных процессов. Поскольку пар имеет более высокую температуру, чем жидкость, то при взаимодействии с жидкой фазой пар охлаждается и из него частично конденсируется легколетучий компонент, который присоединяется к жидкой фазе. Таким образом она обогащается труднолетучим компонентом, а в паре повышается содержание легколетучего компонента.

Теплота конденсации паровой фазы передается флегме и нагревает ее до температуры кипения, флегма вскипает, и из нее частично испаряется легколетучий компонент. В результате этого паровая фаза будет обогащена легколетучим компонентом, а жидкая фаза труднолетучим.

Аналогичные тепло- массообменные процессы протекают непрерывно на элементах поверхности насадочной колонны.

Таким образом, в результате процессов частичной конденсации паровой фазы и частичного испарения жидкой фазы, протекающих по всей высоте колонны, в верхней части аппарата накапливается пар практически чистого легколетучего компонента, а в кубе – жидкость, близкая по своему составу к чистому труднолетучему компоненту.

При расчете ректификационных колонн принимают, что разделяемая смесь следует правилу Трутона, согласно которому отношение мольной теплоты испарения к абсолютной температуре кипения для всех жидкостей является приближенно величиной постоянной. Отсюда следует, что молярные расходы обеих фаз для любого сечения колонны будут постоянны.

Вследствие этого весь расчет колонн удобнее производить в мольных количествах, а концентрации выражать в мольных долях.

Процесс периодической ректификации может проводиться при постоянном расходе флегмы, но при этом концентрации ЛЛК в различных сечениях колонны по мере отгонки его из куба будут убывать во времени и, соответственно, получают фракции дистиллята с уменьшающейся концентрацией ЛЛК.

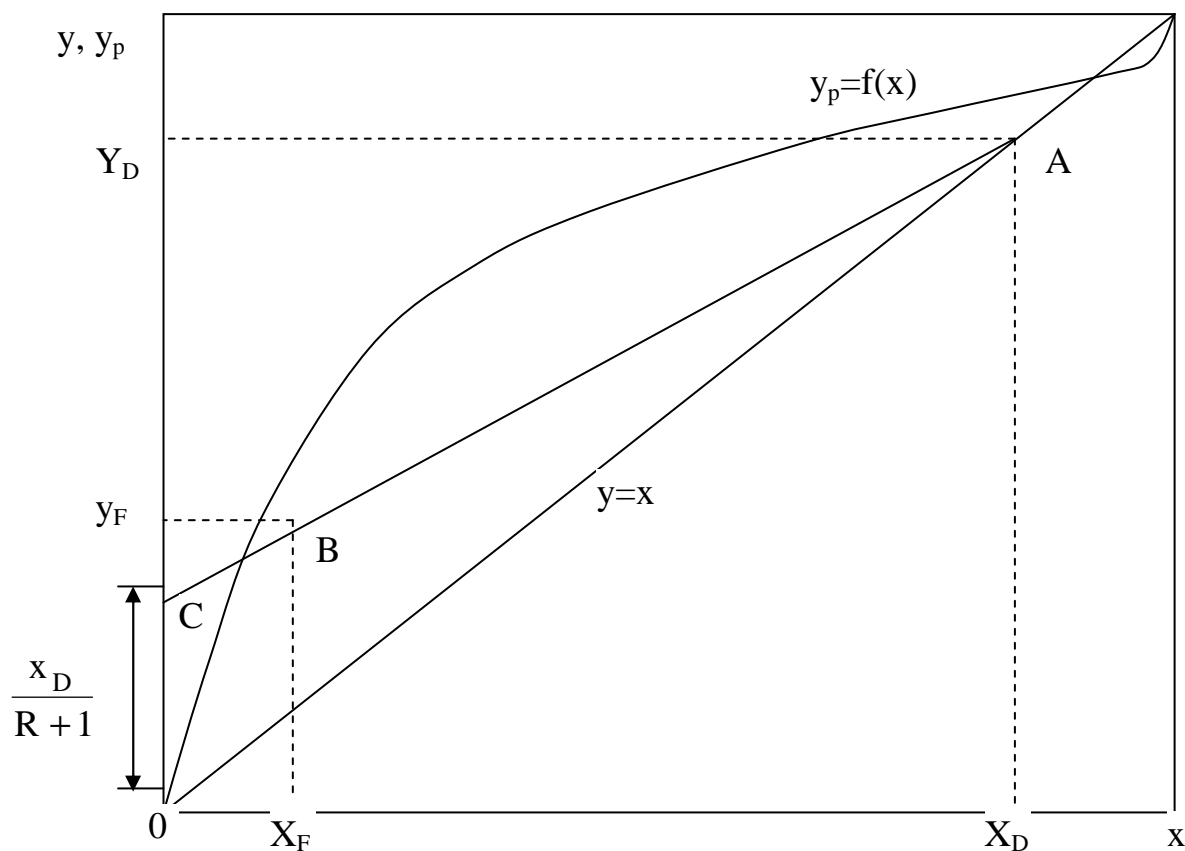


Рис. 2.6. Диаграмма $y(y_p) - x$ для процесса периодической ректификации

Проведение процесса с получением дистиллята постоянного состава возможно путем непрерывного увеличения расхода флегмы. Расчет процесса ректификации ведется обычно графоаналитическим методом, для чего на диаграмму составов наносится кривая равновесия и рабочая линия процесса (рис. 2.6).

Материальный баланс процесса периодической ректификации по материальным потокам может быть записан следующим образом:

$$G = \Phi + D, \quad (2.1)$$

где G – масса пара, образующегося в кубе колонны за время τ , кмоль; Φ – масса флегмы, поданная на орошение за данный отрезок времени, кмоль; D – масса отобранного продукта, кмоль.

Если отнести все статьи балансового уравнения (2.1) к 1 кмолью продукта, то получим выражение:

$$\frac{G}{D} = \frac{\Phi}{D} + 1 \quad \text{или} \quad \frac{G}{D} = R + 1, \quad (2.2)$$

где $R = \frac{\Phi}{D}$ – флегмовое число, показывающее, сколько килограмм молей флегмы необходимо подать в колонну для получения 1 килограмм моля готового продукта. Отсюда

$$G = D (R + 1). \quad (2.3)$$

Материальный баланс процесса периодической ректификации по ЛЛК записывается аналогично уравнению (2.1) и может быть представлен в следующем виде:

$$G \cdot y = \Phi x + D x_D. \quad (2.4)$$

Разделив правую и левую части уравнения (2.4) на D с учетом $\frac{G}{D} = R + 1$, получим выражение:

$$y = \frac{R}{R + 1} x + \frac{x_D}{R + 1}, \quad (2.5)$$

где x_D – концентрация ЛЛК в продукте (дистилляте). Выражение (2.5), представляющее собой зависимость рабочей (действительной) концентрации ЛЛК в паровой фазе (y) от его содержания в жидкой фазе (x), называется уравнением рабочей линии процесса. Она изображается отрезком прямой АВ (рис. 2.6).

Равновесная линия, характеризующая состав пара, находящегося в равновесии с жидкой фазой, строится в координатах $y_p - x$ на основании

экспериментальных данных [4] и позволяет определить значение равновесной концентрации ЛЛК в паровой фазе y_p от текущего ее значения в жидкой фазе x : $y_p = f(x)$.

Если разделяемая смесь подчиняется закону Рауля, то равновесная концентрация ЛЛК в паровой фазе (y_p) может быть вычислена по уравнению:

$$y_p = \frac{\alpha x}{1 + x(\alpha - 1)}, \quad (2.6)$$

где x – текущее значение концентрации ЛЛК в жидкой фазе в мольных долях;

$\alpha = \frac{P_{\text{ЛЛК}}}{P_{\text{ТЛК}}}$ – относительная летучесть ЛЛК; $P_{\text{ЛЛК}}$ и $P_{\text{ТЛК}}$ – упругость паров ЛЛК и ТЛК при соответствующей значению x температуре кипения смеси.

Построение рабочей линии осуществляется следующим образом:

1. Строится вспомогательная линия равных концентраций ЛЛК в обеих фазах $y=x$ как диагональ диаграммы.
2. Проводятся ординаты, соответствующие содержанию ЛЛК в исходной смеси (x_F) и в дистилляте (x_D).
3. Находится положение точки А, как точки пересечения диагонали диаграммы с ординатой $x=x_D$.
4. На оси ординат откладывается отрезок ОС, численно равный значению свободного члена в уравнении рабочей линии процесса: $\frac{x_D}{R + 1}$.
5. Соединяются прямой линией точки А и С. При пересечении отрезка АС с ординатой $x=x_F$ получается точка В, соединяя которую с точкой А и получаем рабочую линию процесса АВ.

При построении диаграммы $y(y_p) - x$ масштабы по обеим осям обычно берутся одинаковыми, и значения y , y_p и x изменяются от нуля до единицы (что соответствует содержанию ЛЛК в паре и жидкости от 0 до 100%).

Масса ЛЛК, перешедшая из жидкой фазы в паровую, может быть определена из уравнения массопередачи:

$$M = K_{YV} \cdot V_y \cdot \Delta y_{\text{ср}} \quad \text{и} \quad (2.7)$$

$$M = K_{YF} \cdot F_H \cdot \Delta y_{cp}, \quad (2.8)$$

где M – масса ЛЛК, перешедшего из фазы в фазу, кмоль/с; K_{YV} , K_{YF} – коэффициенты массопередачи, отнесенные к единице объема рабочей части аппарата и единице поверхности насадки соответственно, m^3 , m^2 ; Δy_{cp} – среднее значение движущей силы. Для насадочных аппаратов объем V_y и поверхность F_H могут быть рассчитаны по следующим выражениям:

$$V_y = \varepsilon S \cdot H, \quad (2.9)$$

$$F_H = \sigma \cdot V, \quad (2.10)$$

где $S = \frac{\pi \cdot d^2}{4}$ – площадь сечения колонны, m^2 ;

d – диаметр колонны, м; H – высота слоя насадки, м;

σ – удельная поверхность насадки, m^2/m^3 ;

ε – доля свободного объёма, m^3/m^3 .

Среднее значение движущей силы можно рассчитать по уравнению:

$$\Delta y_{cp} = \frac{y_D - y_F}{\int_{y_F}^{y_D} \frac{dy}{y_p - y}} = \frac{y_D - y_F}{m_y}, \quad (2.11)$$

где y_F и y_D – концентрации ЛЛК в исходной смеси и дистилляте определяются

по диаграмме y - x , мольн. доли; $m_y = \int_{y_F}^{y_D} \frac{dy}{y_p - y}$ – число единиц переноса по

паровой фазе, которое характеризует изменение рабочей концентрации, приходящееся на единицу движущей силы. Вследствие сложной зависимости $y_p=f(x)$ рассчитать аналитически число единиц переноса, как правило, невозможно. Поэтому прибегают к графическому интегрированию, для чего

строится график в координатах $\frac{1}{y_p - y} - y$ (рис. 2.7,а).

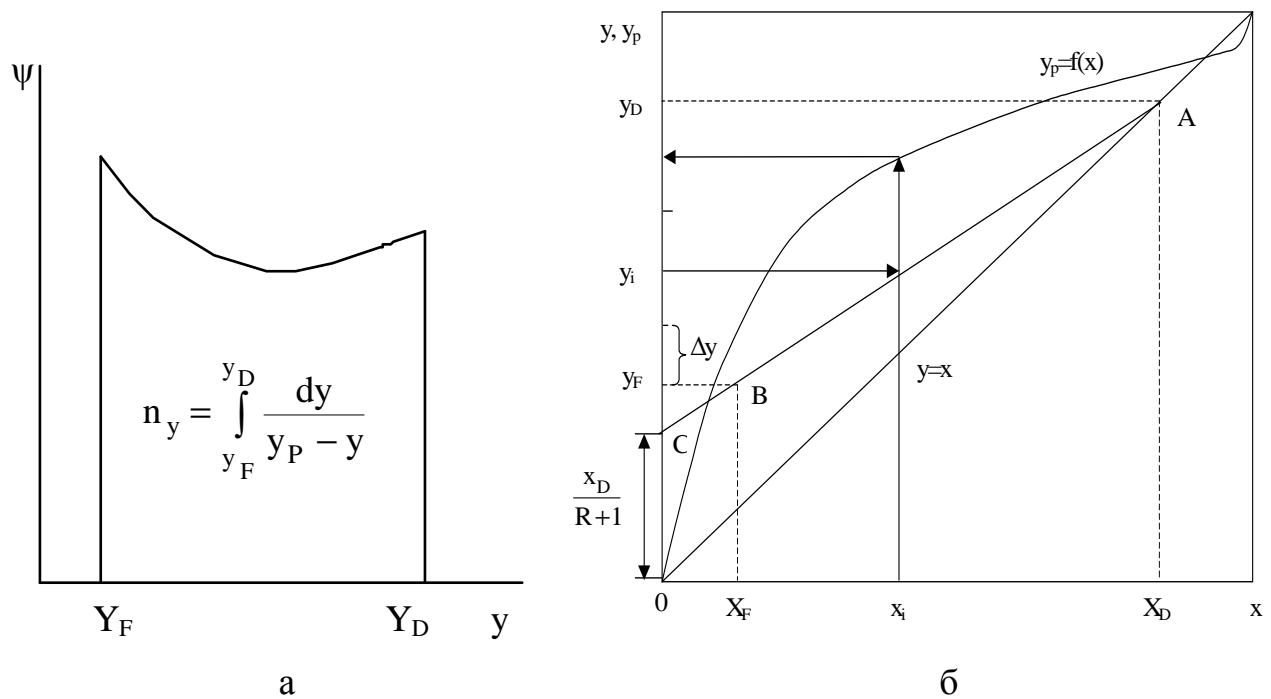


Рис. 2.7. Определение числа единиц переноса графическим путем

При построении этого графика на диаграмме $y(y_p)$ - x наносятся равновесная и рабочая линии (рис. 2.7,б). Последовательно задаются рядом значений y (в интервале от y_F до y_D), для которых графическим путем определяется величина движущей силы процесса ($y_p - y$) и рассчитываются значения $\frac{1}{y - y_p}$.

По полученным значениям y и соответствующим $\frac{1}{y - y_p}$

строится график $\frac{1}{y - y_p} = f(y)$ (рис. 2.7,а), площадь под которым численно

равна числу единиц переноса. При определении данной площади необходимо учитывать масштабы по обеим осям.

Число единиц переноса можно определить численным методом. Для этого весь интервал интегрирования (y_F ; y_D) разбиваем на равные отрезки Δy .

В узлах интегрирования определяем значения подынтегральной функции

$\psi_i = \frac{1}{y_{pi} - y_i}$. Определенные графически величины сводим в табл. 2.1.

Таблица 2.1

№ п/п	y_i	y_{pi}	$\psi_i = \frac{1}{y_{pi} - y_i}$
1	y_F		
n	y_D		

Далее применяем одну из формул приближенного вычисления определенного интеграла, например, метод трапеций:

$$n_y \approx \frac{\Delta y}{2} (\psi_1 + 2\psi_2 + 2\psi_3 + \dots + 2\psi_{n-1} + \psi_n).$$

Высота слоя насадки в аппарате может быть рассчитана по следующей формуле

$$H = h_{\text{экв}} \cdot n_y, \quad (2.12)$$

где $h_{\text{экв}}$ – высота, эквивалентная единице переноса (ВЕП) по паровой фазе, является одной из характеристик работы массообменного аппарата.

Цель работы: практическое ознакомление со схемой и работой ректификационной установки периодического действия для разделения смеси этиловый спирт – вода. Составление материального баланса процесса. Построение процесса на диаграмме составов $y(y_p) - x$. Определение коэффициентов массоотдачи и высоты, эквивалентной единице переноса.

Схема установки и принцип работы

Установка состоит из стеклянной ректификационной колонны 1, (рис. 2.8) диаметром 30 мм, заполненной насадкой из проволочных полуторавитковых колец (диаметр витка 3 мм, толщина проволоки 0,2 мм). Высота слоя насадки $H=1$ м, удельная поверхность $\sigma=2070 \text{ м}^2/\text{м}^3$, доля

свободного объёма $\varepsilon=0,7$. Снизу к колонне 1 присоединен кипятильник (куб) 2, снабженный электрическим нагревателем 4, мощность которого регулируется автоматически с помощью блока управления 9. Поскольку ректификационная колонна должна работать в адиабатическом режиме, т.е. без подвода и отвода тепла в окружающую среду, то она снабжена тепловой изоляцией 3, внутри которой смонтированы компенсационные подогреватели верхней и нижней частей колонны, работающие в автоматическом режиме от датчиков давления

Для контроля за работой колонны служат ртутные термометры, при помощи которых замеряется температура пара на выходе из колонны (t_1) и температура паровой фазы в испарителе (t_2).

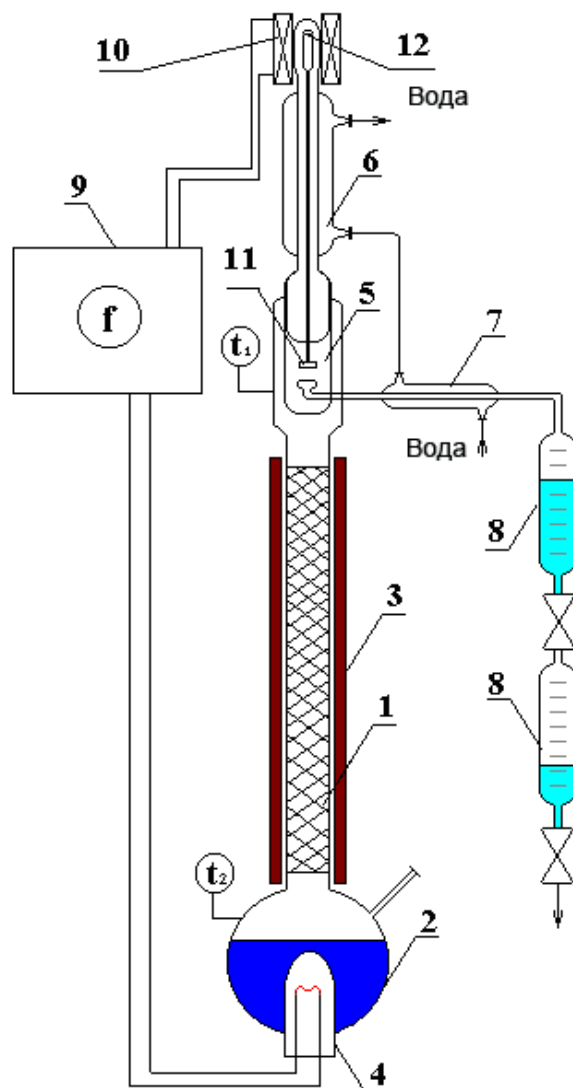


Рис. 2.8. Схема экспериментальной установки

Перепад давления на насадке измеряется при помощи дифференциального манометра, заполненного водой и присоединенного к кубу 2 через буферную емкость (на схеме не показаны). Для разделения паровой фазы на флегму и готовый продукт служит распределительная головка 5, снабженная воздушной рубашкой для уменьшения конденсации пара внутри ее. Внутри распределительной головки 5 расположены отверстия, отводящие пар для образования продукта и флегмы, которые попеременно перекрываются клапаном 11. Последний штоком соединяется с сердечником 12, находящимся внутри индукционной катушки 10, ток в которой включается автоматически на определенные отрезки времени через заданные интервалы. Регулируя их величину, можно менять соотношение отбираемого продукта и подаваемой в колонну флегмы. При втянутом в катушку 10 сердечнике 12 клапан 11 занимает верхнее положение, перекрывая вход в дефлегматор и весь пар, вышедший из колонны, направляется в конденсатор 7, где конденсируется, охлаждается и стекает в сборник готового продукта 8. При отключённом токе в катушке 10 клапан опускается, перекрывает вход в конденсатор 7 и весь пар поступает в дефлегматор 6, где конденсируется и стекает по стенкам распределительной головки в колонну в виде флегмы.

Порядок выполнения работы

Перед началом работы следует приготовить исходный раствор этилового спирта в дистиллированной воде заданной концентрации, которая контролируется при помощи рефрактометра или ареометра. Графики зависимости показателя преломления света и плотности от концентрации водных растворов этанола приводятся на щите установки. Приготовленный раствор заливается в куб колонны и включается электронагреватель испарителя. Включение аппаратуры в работу и установка заданного режима разрешаются только допущенным к этому лицам.

После того, как раствор в испарителе закипит и колонна прогреется, включается клапанное устройство и начинается отбор продукта. Колонна вошла в рабочий режим.

При проведении работы отмечается объем дистиллята, образовавшегося за определенный отрезок времени, и замеряется его концентрация по рефрактометру или при помощи ареометра. Следует помнить, что зависимость плотности спиртового раствора от концентрации на графике дается для температуры 20°C, поэтому пробу перед замером плотности необходимо охладить до соответствующей температуры. Полученные данные сводятся в табл. 2.2, и по ним производится расчет процесса.

Таблица 2.2

Концентрация						Время отбора пробы τ , с	Объем пробы V , мл	Флегмовое число R
в кубе			дистиллята					
n_F	ρ_F , кг/м ³	\bar{x}_F , мас. доли	n_D	ρ_D , кг/м ³	\bar{x}_D , мас. доли			

Порядок расчета

1. На основании экспериментальных данных для разделяемой смеси этиловый спирт – вода на диаграмме $u(y_p)$ - x строятся равновесная линия $y_p=f(x)$ и линия равных составов $u=x$ (диагональ диаграммы).
2. Значения концентраций \bar{x}_F , \bar{x}_D пересчитывают из массовых долей в мольные единицы и откладывают на оси абсцисс диаграммы $u(y_p)$ - x . Пересчет концентраций осуществляют по следующему выражению:

$$x = \frac{\frac{\bar{x}}{M_{\text{ЛЛК}}}}{\frac{\bar{x}}{M_{\text{ЛЛК}}} + \frac{(1-\bar{x})}{M_{\text{ТЛК}}}}, \quad (2.13)$$

где $M_{\text{ЛЛК}}$, $M_{\text{ТЛК}}$ – молекулярные массы легко и труднолетучих компонентов, соответственно.

3. На диаграмме $y(y_p) - x$ строят рабочую линию процесса

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1} \quad (\text{линия АВ}). \text{ Для точек А и В определяют концентрации } y_F$$

и y_D . Порядок построения см. стр. 23 учебного пособия.

4. Определяют производительность колонны по готовому продукту D и рассчитывают материальные потоки G и Φ из системы уравнений (2.14)

$$\begin{cases} G = \Phi + D \\ \frac{\Phi}{D} = R \end{cases}, \quad (2.14)$$

где $D = \frac{V \cdot \rho_D \cdot 10^{-6}}{\tau \cdot M_D}$ – производительность колонны по готовому продукту,

кмоль/с; G – мольный расход пара, кмоль/с; Φ – мольный расход флегмы, кмоль/с; $M_D = x_D M_{\text{ЛЛК}} + (1 - x_D) M_{\text{ТЛК}}$ – молекулярная масса продукта.

5. Решают уравнение материального баланса по ЛЛК и определяют число молей ЛЛК, перешедшего из жидкой фазы в паровую за время τ .

$$M = G(y_D - y_F) \text{ кмоль/с.} \quad (2.15)$$

6. Рассчитывают среднюю движущую силу процесса по выражению (2.16):

$$\Delta y_{\text{ср}} = \frac{y_D - y_F}{\int_{y_F}^{y_D} \frac{dy}{y_p - y}} = \frac{y_D - y_F}{m_y}. \quad (2.16)$$

Порядок определения числа единиц переноса m_y смотри на стр. 25 данного учебного пособия.

7. Определяют коэффициенты массопередачи K_{yF} , K_{yV} и высоту единицы переноса $h_{\text{экв}}$ по опытным данным:

$$K_{YF} = \frac{M}{F_H \Delta Y_{cp}}; \quad K_{YV} = \frac{M}{V_y \Delta Y_{cp}}; \quad h_{\text{экв}} = \frac{H}{m_y}. \quad (2.17)$$

8. Рассчитывают высоту насадки, эквивалентную одной единице переноса, по критериальному уравнению:

$$h_{\text{э}} = 52 d_{\text{э}} \text{Re}_y^{0,2} \left(\frac{G}{L} \right)^{0,35} \left(\frac{\rho_x}{\rho_y} \right)^{0,2} \left[\lg \left(\frac{L}{m G} \right) \right] / \left(1 - m \frac{G}{L} \right), \quad (2.18)$$

где $d_{\text{э}}$ – эквивалентный диаметр насадки, равный $d_{\text{э}}=4\varepsilon/\sigma$, м; ε – доля свободного объема слоя насадки, м³/м³; σ – удельная поверхность насадки, м²/м³; Re_y – число Рейнольдса для паровой фазы, равное

$$\text{Re}_y = \frac{\omega_y d_{\text{э}} \rho_y}{\varepsilon \mu_y},$$

где ρ_y – плотность паровой фазы, кг/м³; ρ_x – плотность жидкой фазы, кг/м³; μ_y – динамический коэффициент вязкости паровой фазы, Па·с; ω_y – скорость пара, отнесенная к полному сечению колонны, м/с; m – тангенс угла наклона кривой равновесия; $G/L=(R+1)/R$ – соотношение расходов пара и жидкости.

Средняя плотность пара в колонне

$$\rho_y = \frac{M_{cp}}{22,4} \frac{T_0}{T_0 + t_{cp}}. \quad (2.19)$$

Средняя молекулярная масса паровой фазы

$$M_{cp} = M_A y_{cp} + (1 - y_{cp}) M_B, \quad (2.20)$$

где y_{cp} – мольная доля легколетучего компонента в среднем сечении колонны, равная $y_{cp}=0,5(y_F+y_D)$.

Средняя температура в колонне t_{cp} определяется из таблицы при y_{cp} . Плотность жидкой фазы рассчитываем по правилу аддитивности:

$$\rho_x = \left(\frac{x_{cp}}{\rho_A} + \frac{1 - x_{cp}}{\rho_B} \right)^{-1}, \quad (2.21)$$

где $x_{cp}=0,5(x_F+x_D)$ – средняя концентрация легколетучего компонента в жидкой фазе; ρ_A, ρ_B – плотности этилового спирта и воды при температуре t_{cp} .

Среднее значение скорости пара в колонне:

$$\omega_y = \frac{G \cdot M_{cp}}{0,785 d_K^2 \rho_y}, \quad (2.22)$$

где d_K – диаметр колонны, м.

Вязкость паровой фазы рассчитываем по формуле:

$$\mu_y = M_{cp} \left/ \left(\frac{y_{cp} M_A}{\mu_A} + \frac{(1 - y_{cp}) M_B}{\mu_B} \right) \right., \quad (2.23)$$

где μ_A , μ_B – динамические коэффициенты вязкости паров этилового спирта и воды при средней температуре в колонне.

9. Делают выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Физическая сущность процесса ректификации.
2. Принцип осуществления процесса с иллюстрацией на диаграмме температура-состав.
3. Схема и принцип работы ректификационной установки.
4. Материальный баланс ректификационной колонны.
5. Основные допущения, принимаемые при расчете процесса ректификации.
6. Уравнения рабочих линий ректификационной колонны.
7. Изображение процесса ректификации на фазовой диаграмме x-y.
8. Флегмовое число и его влияние на работу ректификационной колонны.
9. Тепловой баланс ректификационной колонны.

Работа № 3. Исследование процесса периодической дистиляции с дефлегмацией

Процесс частичного испарения жидкости и образования пара, при конденсации которого образуется жидкость нового состава – дистилят, называется дистиляцией (перегонкой). Дистилят содержит больше легколетучего компонента, чем исходная жидкость. Неиспарившаяся часть жидкости носит название кубового остатка. Дистиляция основана на различиях температур кипения, парциальных давлений и летучестей отдельных веществ, входящих в состав смеси.

Ее применяют для разделения смесей, представляющих собой легколетучее вещество с некоторым содержанием весьма труднолетучих веществ. Обычно простую перегонку используют для предварительного разделения, очистки веществ от примесей, смол, загрязнений. При этом сконденсированные пары называют *дистилятом*, а оставшуюся не испаренной жидкость – *остатком*.

Обычно процесс простой перегонки проводят периодически, хотя в принципе этот процесс можно организовать и непрерывным.

При периодической перегонке жидкость постепенно испаряется, и образующиеся при этом пары непрерывно удаляются из системы и конденсируются с получением дистилята (иногда этот способ называют простой дистиляцией). При этом содержание низкокипящего компонента в кубовой (исходной) жидкости уменьшается, что приводит к снижению содержания низкокипящего компонента в дистиляте – в начале процесса содержание низкокипящего компонента максимально, а в конце – минимально.

Простую перегонку можно проводить при атмосферном давлении или под вакуумом (для снижения температуры перегонки).

Для получения нужных фракций (или разного состава дистилята) применяют фракционную или дробную перегонку (рис. 3.1, а).

Исходную смесь загружают в куб *1*, имеющий змеевик для нагревания и кипячения этой смеси. Образующиеся пары конденсируются в теплообменнике-конденсаторе *2*, дистиллят в нем же охлаждается до заданной температуры и поступает в один из сборников *3*. После окончания процесса перегонки остаток сливают из куба *1* и вновь загружают в него исходную смесь.

При простой перегонке образующийся пар отводится из аппарата и в каждый данный момент времени находится в равновесии с оставшейся жидкостью (что принимается при анализе этого процесса).

Для составления материального баланса простой перегонки полагаем, что количество жидкости в некоторый момент равно L , а ее состав x (по ЛЛК) и y_p (в паре над жидкостью). Тогда состав пара над жидкостью можно выразить как функцию состава жидкости, т.е. $y_p = f(x)$. За бесконечно малый промежуток времени количество жидкости и состав ее изменяются и составляют соответственно $L - dL$ и $x - dx$. Количество образующегося за этот промежуток времени пара равно уменьшению количества жидкости dL , а его состав y_p является равновесным с x .

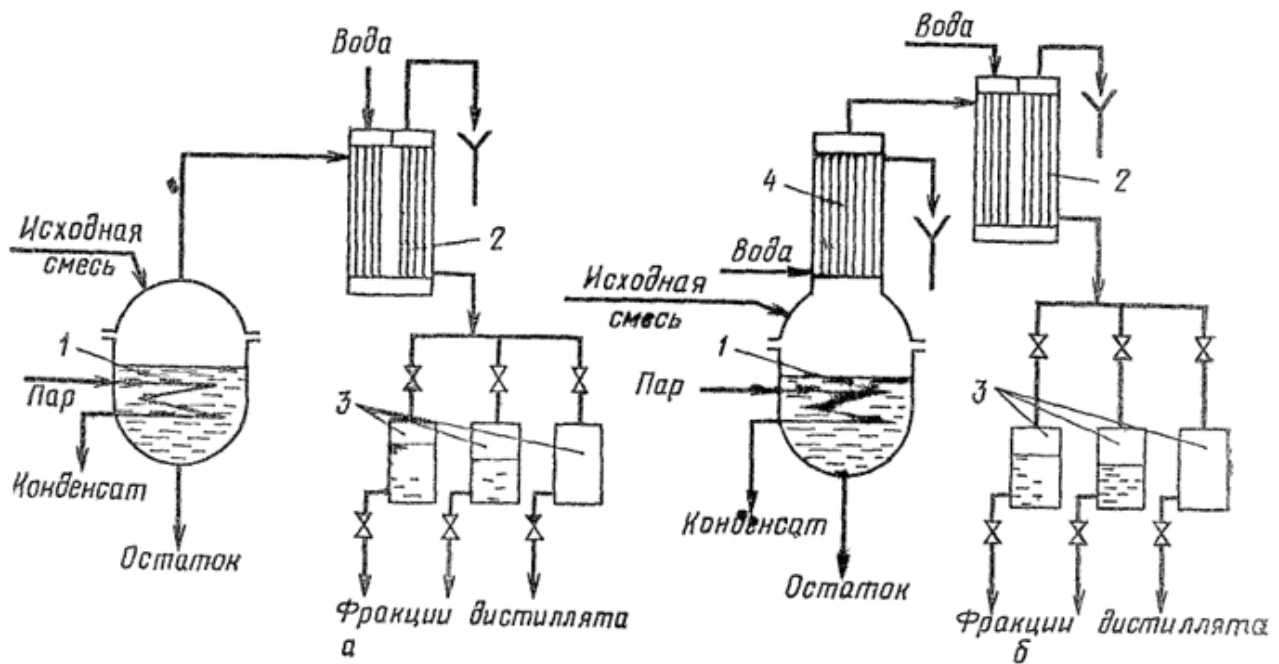


Рис. 3.1. Схема установок для простой перегонки (а) и перегонки с дефлегмацией (б): 1 – кубы кипяильники, 2 – конденсаторы-холодильники, 3 – сборники, 4 – дефлегматор

Содержание ЛЛК в жидкости к началу рассматриваемого промежутка времени составляет Lx , а к концу $(L - dL)(x - dx)$. Количество ЛЛК, перешедшего в пар за это время, $dL y_p$. Таким образом, уравнение материального баланса по НК за это время:

$$Lx = (L - dL)(x - dx) + dL y_p = Lx - dLx - Ldx + dLdx + dL y_p. \quad (3.1)$$

Величиной $dLdx$ как бесконечно малой величиной второго порядка можно пренебречь. Тогда уравнение (3.1) после соответствующих преобразований принимает следующий вид:

$$dL/L = dx/(y_p - x).$$

Проинтегрировав это уравнение в пределах от x_F до x_W и от $L = F$ (т. е. начальное количество разделяемой смеси) до $L = W$ (конечное количество этой смеси), получим

$$\int_W^F (dL/L) = \int_{x_W}^{x_F} [dx/(y_p - x)] \quad \text{и} \quad \ln \frac{F}{W} = \int_{x_W}^{x_F} [dx/(y_p - x)]. \quad (3.2)$$

В уравнении (3.2) функция $y_p = f(x)$ выражается кривой равновесия, которая является специфической для каждой системы жидкость – пар. Поэтому уравнение (3.2) обычно решают графически – построением зависимости $1/(y_p - x) = f(x)$.

Количество получаемого дистиллята $D = F - W$. Количество получаемого кубового остатка W определяют из уравнения (3.2), зная массу исходной смеси F , ее состав x_F и заданный состав кубового остатка x_W .

Средний состав получаемого дистиллята x_{Dcp} определяют из уравнения материального баланса по ЛЛК:

$$Fx_F = Wx_W + (F - W)x_{Dcp}, \quad (3.3)$$

откуда

$$x_{Dcp} = (Fx_F - Wx_W)/(F - W).$$

При расчете простой перегонки обычно определяют количество и средний состав дистиллята, состав кубового остатка.

Степень разделения компонентов в условиях простой перегонки может быть повышена применением *дефлегмации* (рис. 3.1,б). В этом случае пары из куба 1 поступают в дефлегматор 4, где они частично конденсируются. При этом конденсируются преимущественно ТЛК, а пары обогащаются ЛЛК. Полученный в дефлегматоре конденсат, или флегма, возвращается в перегонный аппарат (куб) и подвергается многократному испарению.

Допустим, что при дистилляции бинарной смеси с дефлегмацией возвращаемая в куб флегма с концентрацией низкокипящего компонента x_{Φ} находится в равновесии с остаточным паром, имеющим концентрацию $y_{p\Phi}$ того же компонента. Если концентрация в паре перед дефлегматором равна y и из элементарного количества пара dG образуется $\beta \cdot dG$ флегмы, то материальный баланс дефлегматора можно описать уравнением: $\beta \cdot x_{\Phi} \cdot dG + (1 - \beta)y_{p\Phi} \cdot dG = y \cdot dG$, откуда

$$(y - x_{\Phi}) / (y_{p\Phi} - y) = (1 - \beta) / \beta. \quad (3.4)$$

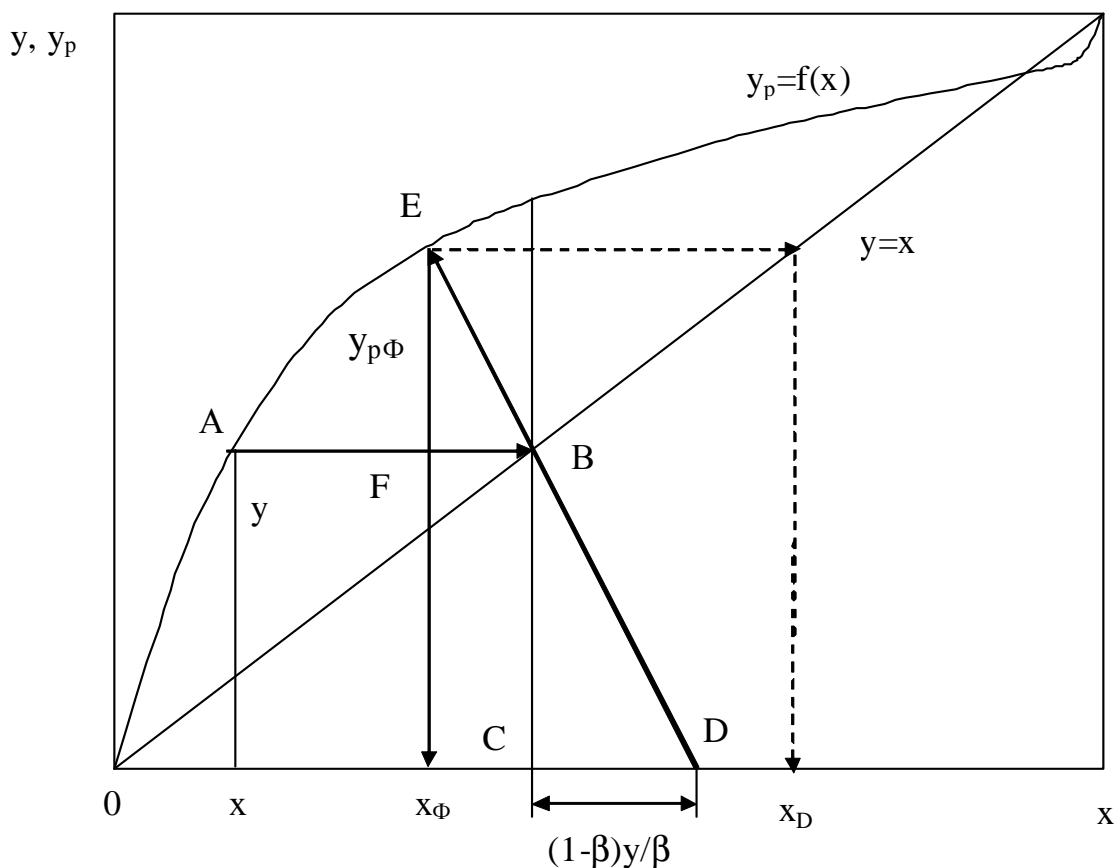


Рис. 3.2. К расчету процесса дистилляции с дефлегмацией

В периодическом процессе дистилляции величины x , y , x_{Φ} , y_{Φ} непрерывно изменяются, поскольку из системы непрерывно отводится дистиллят. Мгновенные значения x_{Φ} , y_{Φ} легко определить графическим путем, используя диаграмму равновесия $y - x$ (рис. 3.2).

Из точки $A(x, y)$, соответствующей мгновенному составу пара на выходе из дистилляционного куба, проведем горизонтальную прямую линию AB до пересечения с диагональю диаграммы. Опускаем перпендикуляр BC . От точки C по оси абсцисс вправо откладываем отрезок $\overline{CD} = [(1 - \beta) / \beta] y$. Из точки D через точку B проводим наклонную линию до пересечения с кривой равновесия. Ордината точки E выражает искомую концентрацию y_{Φ} пара, выходящего из дефлегматора. Отметим, что $x_D = y_{\Phi}$.

Вывод уравнения (3.2) справедлив и для дистилляции с дефлегмацией с той лишь разницей, что во всех уравнениях состав пара, равновесный с составом жидкости x , должен быть заменен на состав пара y_{Φ} , выходящего из дефлегматора. Таким образом, уравнение (3.2) примет вид:

$$\ln \frac{F}{W} = \int_{x_w}^{x_F} [dx / (y_{\Phi} - x)]. \quad (3.5)$$

Цель работы: практическое ознакомление с устройством и принципом работы установки периодической дистилляции с дефлегмацией. Составление материального и теплового балансов процесса. Построение изображения процесса на диаграмме составов.

Схема установки и порядок работы

Установка (рис. 3.3) состоит из перегонного куба 1, дефлегматора 2 и конденсатора-холодильника 3. Перегонный куб 1 снабжен электрическим нагревателем, мощность которого изменяется регулятором напряжения 7. Пары, образующиеся при кипении разделяемой смеси в кубе 1, частично

конденсируются на внутренней поверхности дефлегматора 2, обогащаясь при этом более летучим компонентом. Вышедшие из дефлегматора пары конденсируются, а конденсат охлаждается в теплообменнике 3. Полученный таким образом дистиллят стекает в сборник готового продукта 8. Охлаждающая вода проходит последовательно холодильник 3 и дефлегматор 2. Расход воды регулируется вентилем 6 и контролируется с помощью ротаметра 5. Для контроля за работой установки служат ртутные термометры, посредством которых измеряется температура в кубе t_1 , температура паровой фазы на выходе из дефлегматора t_2 , температура охлаждающей воды на входе и выходе из рубашки дефлегматора t_3, t_4 .

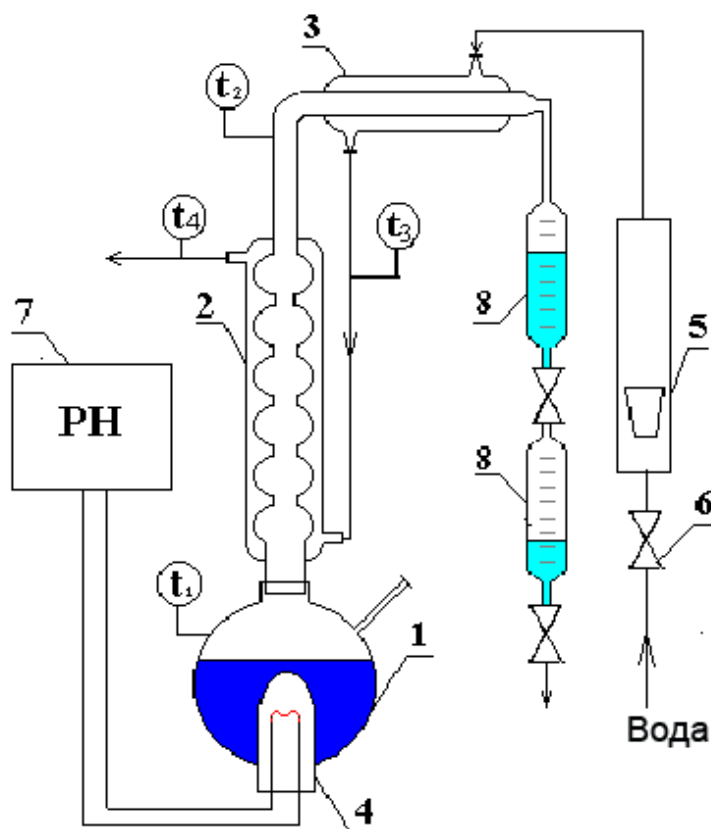


Рис. 3.3. Схема лабораторной установки для исследования процесса дистилляции

Порядок выполнения работы

Перед началом работы приготавливается исходный раствор этилового спирта в дистиллированной воде заданной концентрации, которая

контролируется при помощи рефрактометра или ареометра. Графики зависимости показателя преломления света и плотности от концентрации водных растворов этанола приводятся на щите установки. Приготовленный раствор заливается в куб-испаритель 1 и включается электронагреватель. С помощью вентиля 6 устанавливается заданный расход воды, который контролируется по ротаметру 5 и поддерживается постоянным в течение опыта. Массовый расход воды определяется по калибровочному графику ротаметра, имеющемуся на щите установки. Включение аппаратуры в работу и установка заданного режима разрешаются только допущенным к этому лицам.

После того, как раствор в испарителе закипит, и установка прогреется, начинается отбор дистиллята. Установка вошла в рабочий режим.

При проведении работы отмечается объем дистиллята, образовавшегося за определенный отрезок времени, и замеряется его концентрация по рефрактометру или при помощи ареометра. Следует помнить, что зависимость плотности спиртового раствора от концентрации на графике дается для температуры 20°C, поэтому пробу перед замером плотности необходимо охладить до соответствующей температуры. Кроме того, отбираются две пробы кубовой жидкости в начале и конце процесса перегонки, в количестве, достаточном для определения показателя преломления на рефрактометре. В ходе процесса через равные промежутки времени записываются показания термометров. Полученные данные сводятся в табл. 3.1, и по ним производится расчет процесса.

Таблица 3.1

Показатель преломления		Время τ , с	Объем дистиллята V , мл	Деления ротаметра	Расход воды G_B , кг/с	Температура			
в кубе n_w	в дистилляте n_D					t_1	t_2	t_3	t_4

Концентрация в кубе начальная (исходной смеси), мас. доли $\bar{x}_F =$;

Концентрация в кубе конечная (кубового остатка), мас. доли $\bar{x}_w =$;

Концентрация дистиллята, мас. доли $\bar{x}_{D,ср} =$;

Плотность дистиллята, кг/м³ $\rho_D =$;

Масса исходной смеси, кг $F =$.

При необходимости физический эксперимент может быть промоделирован на виртуальном лабораторном стенде с помощью компьютера. Описание виртуального лабораторного стенда приведено в приложении.

Порядок расчета

1. На основании экспериментальных данных для разделяемой смеси этиловый спирт – вода на диаграмме $y(y_p)$ - x строятся равновесная линия $y_p=f(x)$ и линия равных составов $y=x$ (диагональ диаграммы).

2. Значения концентраций \bar{x}_w , \bar{x}_F , $\bar{x}_D = \bar{x}_{D,ср}$ пересчитываем из массовых долей в мольные единицы и откладываем на оси абсцисс диаграммы $y(y_p)$ - x . Пересчет концентраций осуществляется по следующему выражению:

$$x = \frac{\frac{\bar{x}}{M_{\text{ЛЛК}}}}{\frac{\bar{x}}{M_{\text{ЛЛК}}} + \frac{(1-\bar{x})}{M_{\text{ТЛК}}}}, \quad (3.6)$$

где $M_{\text{ЛЛК}}$, $M_{\text{ТЛК}}$ – молекулярные массы легко и труднолетучего компонентов, соответственно.

3. Находим среднюю молекулярную массу дистиллята:

$$M_D = x_D M_{\text{ЛЛК}} + (1 - x_D) M_{\text{ТЛК}}. \quad (3.7)$$

4. Определяем среднюю производительность по дистилляту G_D , моль/с:

$$G_D = \frac{V \rho_D 10^{-3}}{\tau M_D}. \quad (3.8)$$

5. Рассчитываем тепловую нагрузку дефлегматора:

$$Q_d = G_B c_B (\bar{t}_4 - \bar{t}_3), \quad (3.9)$$

где c_B – теплоемкость воды, Дж/(кг·град); \bar{t}_3, \bar{t}_4 – средние за время опыта температуры воды на входе и выходе из дефлегматора, соответственно.

6. Находим расход паровой фазы G (моль/с), поступающей в дефлегматор:

$$G = Q_d / r^* + G_D, \quad (3.10)$$

где r^* – мольная теплота парообразования. В нашем случае, вследствие близости мольных теплот испарения компонентов, в расчетах можно принять среднее значение $r^*=40522$ Дж/моль.

7. Находим долю пара, сконденсированного в дефлегматоре,

$$\beta = 1 - D/G. \quad (3.11)$$

8. Определяем массу дистиллята

$$D = V \cdot \rho_D \cdot 10^{-3} / M_D. \quad (3.12)$$

9. Рассчитываем количество кубового остатка

$$W = F - D. \quad (3.13)$$

10. Находим средний состав получаемого дистиллята x_{Dcp} из уравнения материального баланса по легколетучему компоненту:

$$x_{Dcp} = (F\bar{x}_F - W\bar{x}_W) / (F - W). \quad (3.14)$$

11. Строим графическое изображение процесса на диаграмме составов [см. (рис. 3.2)], принимая $x = 0,5(x_F + x_W)$.

12. Полученное значение концентрации дистиллята x_D сравниваем с его опытным значением.

В случае использования виртуального лабораторного стенда исходными данными для расчета являются: доля сконденсированного пара β ; концентрация исходной смеси, мас. доли $\bar{x}_F =$; масса исходной смеси, кг $F =$; масса дистиллята, кг $D =$; средняя концентрация ЛЛК в кубе, мас. доли $\bar{x}_w =$; средняя концентрация ЛЛК в дистилляте, мас. доли $\bar{x}_{D,cp} =$; плотность дистиллята, кг/м³ $\rho_D =$; время процесса, с τ .

Расчет проводим в следующей последовательности.

1. Значения концентраций \bar{x}_W , \bar{x}_F , $\bar{x}_D = \bar{x}_{D,sp}$ пересчитываем из массовых долей в мольные единицы по формуле (3.6).

2. Находим среднюю молекулярную массу дистиллята M_D по формуле (3.7).

3. Определяем среднюю производительность по дистилляту G_D , моль/с:

$$G_D = 1000 D / (\tau M_D). \quad (3.15)$$

4. Находим расход паровой фазы

$$G = G_D / (1 - \beta). \quad (3.16)$$

5. Рассчитываем тепловую нагрузку дефлегматора

$$Q_d = (G - G_D) r^*. \quad (3.17)$$

6. Строим графическое изображение процесса на диаграмме составов (смотри рис. 3.2).

7. Рассчитываем количество кубового остатка

$$W = F - D. \quad (3.18)$$

8. Находим средний состав получаемого дистиллята $\bar{x}_{D,sp}$ из уравнения материального баланса по легколетучему компоненту:

$$\bar{x}_{D,sp} = (F \bar{x}_F - W \bar{x}_W) / (F - W). \quad (3.19)$$

9. Полученное значение концентрации дистиллята $\bar{x}_{D,sp}$ сравниваем с его опытным значением.

Контрольные вопросы

1. Физическая сущность процесса дистилляции (простой перегонки).
2. Принцип осуществления процесса дистилляции с иллюстрацией на диаграмме температура-состав.
3. Схема и принцип работы установок для простой перегонки и дистилляции с дефлегмацией.
4. Материальный баланс процесса дистилляции.
5. Изображение процесса дистилляции на фазовой диаграмме x-y.

РАБОТА № 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ВОЗДУХА И ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОЦЕССА ИСПАРЕНИЯ ВЛАГИ ПО ДИАГРАММЕ СОСТОЯНИЯ ВЛАЖНОГО ВОЗДУХА

Теоретические основы

При конвективной сушке влажных материалов тепло, необходимое для проведения процесса, подводится к высушиваемому образцу от сушильного агента, которым чаще всего является нагретый воздух.

Влага, содержащаяся в материале, подводится за счет теплопроводности к поверхности и испаряется, превращаясь в пар, который затем диффундирует в объем воздуха и удаляется вместе с ним из зоны сушки. Причем такой процесс может протекать в первом и во втором периодах сушки. В первом периоде сушки происходит испарение влаги с поверхности материала. Такую влагу называют свободной. Во втором же периоде, когда удалено основное количество влаги, зона испарения перемещается внутрь материала и в этом случае происходит удаление влаги, адсорбированной в капиллярах (рис. 4.1).

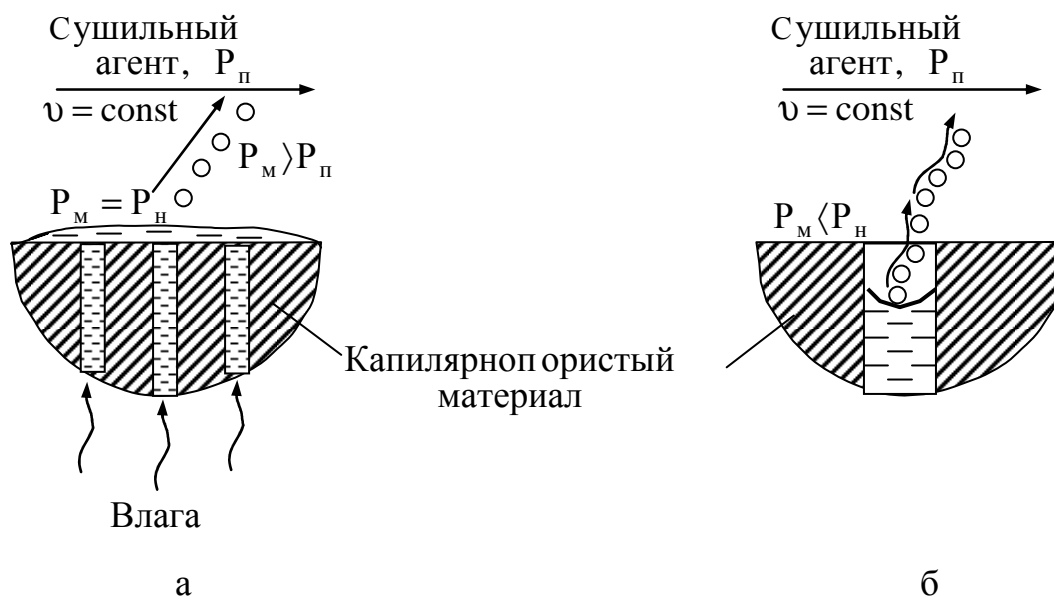


Рис. 4.1. Схема процесса сушки влажного материала в первом (а) и втором (б) периодах

Такую влагу называют связанной. В том и другом случае воздух и его параметры играют определяющую роль в проведении процесса сушки. В данной работе изучается процесс удаления влаги в первом периоде сушки.

Процесс сушки материала будет происходить в том случае, если давление паров влаги над поверхностью образца ($P_m = P_n$) будет больше, чем парциальное давление водяного пара в сушильном агенте (P_n).

В первом периоде сушки давление пара над поверхностью материала равно давлению насыщенного пара воды при температуре поверхности (P_n) и не зависит от влажности образца. Следовательно, движущей силой процесса испарения влаги с поверхности влажного материала, т.е. в первый период сушки, будет

$$\Delta P = P_n - P_m. \quad (4.1)$$

При $\Delta P = 0$, то есть при $P_m = P_n$ устанавливается динамическое равновесие между материалом и сушильным агентом, и процесс испарения влаги прекращается.

Если $P_m < P_n$, то будет происходить процесс, обратный испарению, – переход влаги из воздуха в материал – его увлажнение (сорбция влаги). Таким образом, скорость испарения и условия равновесия процесса определяются не столько индивидуальными особенностями материала (особенно при удалении свободной влаги), сколько параметрами сушильного агента, его температурой, влагосодержанием, парциальным давлением пара и другими.

Основные параметры влажного воздуха

Параметры влажного воздуха взаимосвязаны друг с другом. Эта зависимость описывается уравнениями, которые получаются из формул, отражающих определения их значений, и основных законов газового состояния. По любым двум известным параметрам влажного воздуха можно определить все остальные.

1. Абсолютная влажность воздуха – масса водяного пара, содержащегося в 1 м^3 влажного воздуха. Поскольку водяной пар равномерно распределен во всем объеме, то абсолютная влажность равна плотности пара ρ_n .

Максимальное значение при данных условиях имеет абсолютная влажность насыщенного пара, ρ_n . Размерность абсолютной влажности – кг влаги/м³.

2. Относительная влажность воздуха (степень насыщения влагой) – отношение абсолютной влажности к ее максимальному значению при данной температуре и давлении

$$\varphi = \frac{\rho_{\text{п}}}{\rho_n} = \frac{P_{\text{п}}}{P_n}, \quad (4.2)$$

где $P_{\text{п}}$ - парциальное давление пара в воздухе; P_n - давление насыщенного водяного пара при температуре воздуха. Относительная влажность изменяется в пределах от $\varphi=0$ для абсолютно сухого воздуха до $\varphi=1$ для насыщенного водяным паром воздуха.

3. Влагосодержание воздуха – масса водяного пара, приходящаяся на 1 кг абсолютно сухого воздуха (1 кг а.с. воздуха)

$$x = \frac{m_{\text{п}}}{m_{\text{г}}} = \frac{\rho_{\text{п}}}{\rho_{\text{г}}} \frac{\text{кг влаги}}{\text{кг а.с. воздуха}}, \quad (4.3)$$

где $m_{\text{г}}$ и $m_{\text{п}}$ - массы воздуха и распределенного в нем водяного пара; $\rho_{\text{г}}$ - плотность абсолютно сухого воздуха. Если $P_{\text{г}}$ - парциальное давление воздуха, а P – общее давление в системе, то уравнение связи влагосодержания с относительной влажностью имеет вид:

$$x = 0,622 \frac{\varphi P_n}{P - \varphi P_n} = 0,622 \frac{P_{\text{п}}}{P_n}. \quad (4.4)$$

4. Парциальное давление пара в воздухе может быть найдено в зависимости от его влагосодержания из уравнения (4.5):

$$P_{\text{п}} = P \frac{x}{0,622 + x}. \quad (4.5)$$

Размерность $P_{\text{п}}$ определяется размерностью давления – Па, мм рт. ст.

5. Энтальпия (теплосодержание) влажного воздуха рассчитывается относительно 1 кг. а. с. воздуха

$$I = i_{\text{г}} + x i_{\text{п}}. \quad (4.6)$$

Здесь i_{Γ} и i_{Π} - удельные теплосодержания абсолютно сухого воздуха и водяного пара.

$$i_{\Gamma} = c_{\Gamma} t; \quad (4.7)$$

$$i_{\Pi} = c_{\Pi} t + r_0, \quad (4.8)$$

где $x \cdot i_{\Pi}$ - теплосодержание x кг водяного пара, приходящихся на 1 кг а.с.воздуха; c_{Γ} и c_{Π} - удельные теплоемкости а.с.воздуха и водяного пара; t - температура влажного воздуха; r_0 - удельная теплота парообразования воды при 0°C .

Из уравнений (4.6), (4.7) и (4.8) получаем

$$I = c_{\Gamma} \cdot t + (c_{\Pi} \cdot t + r_0)x = (c_{\Gamma} + c_{\Pi} \cdot x)t + r_0 \cdot x \quad (4.9)$$

Для средних температур сушильного агента $c_{\Gamma} = 1,01$ кДж/(кг·К);
 $c_{\Pi} = 1,97$ кДж/(кг·К); $r_0 = 2493$ кДж/кг. Формула (4.9) принимает вид

$$I = (1,01 + 1,97x)t + 2493x . \quad (4.10)$$

I-x диаграмма влажного воздуха (диаграмма Рамзина)

Диаграмма I-x построена в 1918 г. профессором Рамзиным Л.К. для массы 1 кг а.с.воздуха и общего давления 745 мм рт.ст., что соответствует среднему барометрическому давлению для Европейской части России. Оси координат в ней расположены под углом $\alpha = 135^{\circ}$. На оси ординат нанесены значения теплосодержания и температуры влажного воздуха. На оси абсцисс влагосодержание x (или d в г.влаги/кг а.с.воздуха), которые для удобства пользования диаграммой спроектированы на вспомогательную горизонтальную ось. Линии постоянного теплосодержания (изоэнтальпы) $I = \text{const}$ изображены наклонными прямыми, образующимися со вспомогательной осью угол $\alpha=135^{\circ}$, линии постоянного влагосодержания $x = \text{const}$ - вертикальными линиями (рис. 4.2).

Линии постоянной температуры (изотермы) $t = \text{const}$ строятся по уравнению (4.9). Изотермы представляют собой прямые, так как при $t = \text{const}$ уравнение (4.9) выражает линейную зависимость I от x .

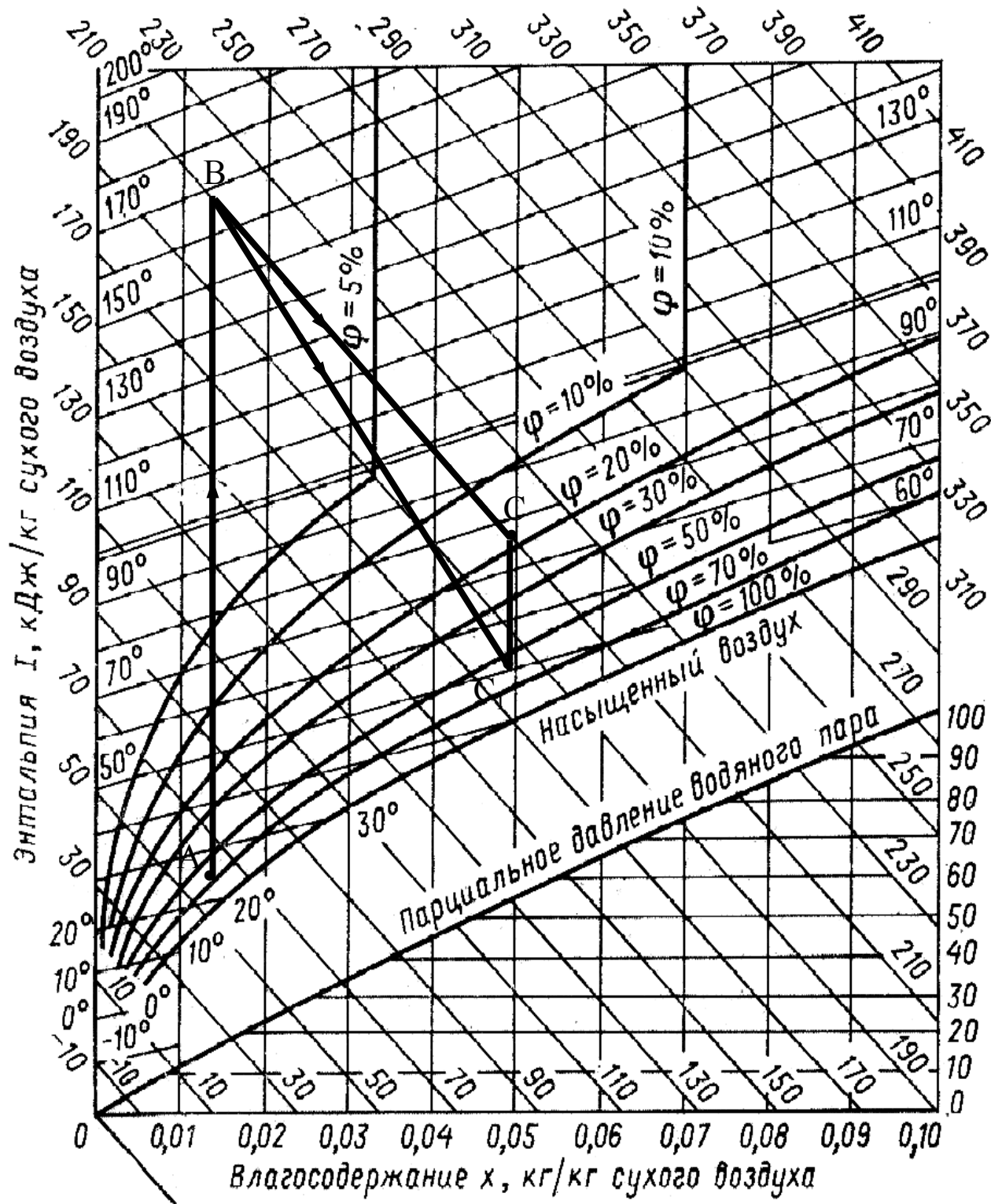


Рис. 4.2. Диаграмма состояния влажного воздуха (I-x диаграмма)

Наклон изотерм увеличивается с ростом температуры, и они располагаются выше, что приводит к увеличению теплосодержания абсолютно сухого воздуха и водяного пара согласно уравнению (4.9).

Линии постоянной относительной влажности $\varphi = \text{const}$ построены по уравнению (4.4), в котором давление насыщенного водяного пара P_n однозначно определяется температурой $P_n = f(t)$. Поэтому линию $\varphi = \text{const}$ можно построить по точкам, для которых значения температуры заданы, а влагосодержание рассчитано по уравнению (4.4). Линии $\varphi = \text{const}$ имеют точку перегиба при $t = 99,4^\circ\text{C}$, соответствующую температуре кипения воды при давлении 745 мм рт.ст., после которой они практически совпадают с линиями $x = \text{const}$.

Так как при температуре кипения давление насыщенного пара воды (P_n) равно общему давлению над жидкостью (P), то из уравнения (4.4) видно, что относительная влажность не зависит от температуры и определяется только влагосодержанием.

Нижняя кривая, соответствующая $\varphi = 1$, является линией насыщения и делит диаграмму на две части. Выше линии $\varphi = 1$ находится область ненасыщенного воздуха, в котором влага содержится в виде пара. Эта рабочая область сушильной диаграммы. Ниже линии насыщения расположена гетерогенная область, в которой влага частично конденсируется в виде капель или кристаллов льда.

Вспомогательная линия парциального давления водяного пара строится по уравнению (4.5) в зависимости от влагосодержания воздуха. Для построения этой линии диаграмма снабжается шкалой парциальных давлений, градуированной в мм рт.ст.

По диаграмме I-x можно определить некоторые характерные точки для воздуха.

1. Точка росы. При охлаждении или нагревании ненасыщенного воздуха процесс идет по линии постоянного влагосодержания. Если начальные параметры воздуха соответствуют точке А [см. (рис. 4.3)], то

процесс охлаждения пойдет по линии АВ ($x = \text{const}$), и в точке В образуется воздух, насыщенный водяным паром, так как $\phi = 100\%$. При дальнейшем отводе теплоты часть водяного пара будет конденсироваться с образованием тумана (гетерогенной системы). Точка В называется точкой росы, а изотерма t_p , проходящая через нее, определяет температуру точки росы, то есть минимальную температуру, до которой можно охлаждать воздух данных параметров в процессе сушки.

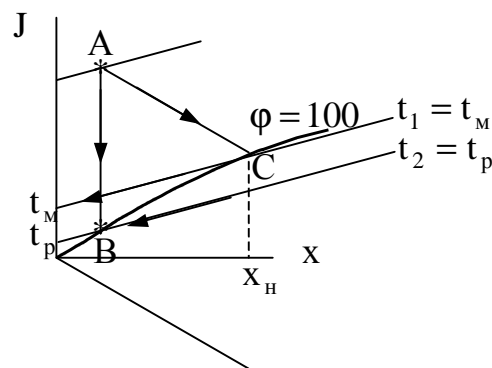


Рис. 4.3. К определению температуры точки росы (t_p) и температуры мокрого термометра (t_m)

2. Температура мокрого термометра. При испарении влаги в замкнутый объем воздуха в случае, когда физической теплотой влаги и потерями теплоты на нагревание материала и в окружающую среду можно пренебречь, процесс насыщения воздуха водяным паром проходит при его постоянном теплосодержании. Вся теплота, переданная воздухом материалу, расходуется на испарение влаги и вместе с водяным паром возвращается в сушильный агент. При этом влагосодержание и относительная влажность сушильного агента увеличиваются, а температура уменьшается.

Процесс испарения влаги будет проходить при постоянной энтальпии до полного насыщения водяным паром воздуха ($\phi = 1$). На рис. 4.3 это отрезок AC. В точке C установится равновесие между паром в воздухе и влагой на поверхности материала, температуры их будут одинаковы и равны температуре мокрого термометра t_m .

Температуру мокрого термометра имеет поверхность материала при испарении с нее свободной влаги, т.е. в первый период сушки влажного материала.

Точка С характеризует параметры находящегося в контакте с поверхностью материала насыщенного паром влажного воздуха.

Материальный баланс процесса сушки

Материальный баланс составляют для определения массы влаги, удаляемой в процессе сушки:

$$W = G_1 \frac{W_1 - W_2}{100 - W_2} = G_2 \frac{W_1 - W_2}{100 - W_1}, \quad (4.11)$$

G_1 – масса влажного материала, поступающего на сушку; G_2 – масса высушенного материала; W_1 и W_2 – начальная и конечная влажность материала, соответственно, %; W – масса влаги, удаляемой (испаренной) из материала.

Материальный баланс по влаге для процесса сушки

$$L \cdot x_0 + W = L \cdot x_2 \quad (4.12)$$

или

$$W = L(x_2 - x_0) \quad (4.13)$$

Из уравнения баланса находят расход абсолютно сухого воздуха на сушку:

$$L = \frac{W}{x_2 - x_0}, \quad (4.14)$$

где x_0 и x_2 – влагосодержание воздуха, поступающего и уходящего из сушилки.

При расчете сушильных процессов все статьи расхода относят к 1 кг удаляемой влаги, получая удельные расходы:

$$\ell = \frac{L}{W} = \frac{1}{x_2 - x_0}, \quad (4.15)$$

ℓ – удельный расход воздуха, то есть расход абсолютно сухого воздуха, необходимого для удаления одного килограмма влаги.

Тепловой баланс процесса сушки

Тепловой баланс процесса сушки для конвективной сушки записывается следующим образом:

$$\ell(I_2 - I_1) = q_d + c_v \theta_1 - (q_m + q_t + q_p) = 0. \quad (4.16)$$

I_1 и I_2 – теплосодержание воздуха на входе в сушилку и на выходе из нее, кДж/кг а. с. воздуха; q_d – удельный приход теплоты в дополнительном калорифере, кДж/кг удал. влаги; c_v – удельная теплоемкость влаги материала, кДж/(кг·К); θ_1 – температура влаги во влажном материале на входе в зону сушки, °С; q_m – удельный расход теплоты на нагревание высушиваемого материала, кДж/кг удал. влаги; q_t – удельный расход теплоты на нагревание транспортирующих устройств, кДж/кг удал. влаги; q_p – удельные потери теплоты в окружающую среду, кДж/кг удал. влаги; величину $q_d + c_v \theta_1 - (q_m + q_t + q_p) = \Delta$ – называют внутренним тепловым балансом сушильной камеры. Величина Δ характеризует разность между подводом ($q_d + c_v \theta_1$) и расходом теплоты в сушильной камере ($q_m + q_t + q_p$) без учета теплоты, подводимой в основном калорифере.

$\ell(I_2 - I_1) = \Delta$ - изменение количества теплоты в зоне сушки, выраженное через теплосодержание воздуха до и после зоны сушки (испарения).

Значение Δ может больше, меньше нуля и равно нулю.

При $\Delta = 0$ полагают, что $q_d = 0$, $(q_m + q_t + q_p) = 0$, $\theta_1 = 0$. В этом случае $I_2 = I_1$, т.к. $\ell \neq 0$. Такой процесс сушки называют теоретическим (без потерь). В этом случае вся подводимая теплота расходуется только на

испарение влаги, и такой процесс происходит при постоянном теплосодержании сушильного агента (идеальная сушка).

При $\Delta > 0$ $q_d + c_v \cdot \theta_1 > (q_m + q_t + q_n)$ и $I_2 > I_1$. В этом случае теплота подводится с избытком и такой реальный процесс на практике осуществлять экономически нецелесообразно (не используется).

При $\Delta < 0$ $q_d + c_v \cdot \theta_1 < (q_m + q_t + q_n)$ и $I_2 < I_1$, т.е. теплосодержание воздуха в процессе сушки уменьшается. Этот вариант сушки и используется на практике.

Построение процесса сушки для однозонной сушилки на I-x диаграмме

В зависимости от известных (определенных экспериментально или рассчитанных) характеристик процесса можно предложить несколько вариантов построения линий изменения параметров сушильного агента в сушильном процессе. При выполнении соответствующей лабораторной работы экспериментально измеряются и определяются параметры точек А, В и С₁, по которым они наносятся на диаграмму [см. (рис. 4.4)].

Точка А (t_0, φ_0) – характеризует параметры воздуха на входе в калорифер.

Точка В (t_1) – соответствует параметрам воздуха при выходе из калорифера (при входе в зону сушки или испарения).

Точка С₁(t_2, φ_2) – отвечает параметрам воздуха на выходе из сушильной камеры.

Порядок построения процесса:

1. На диаграмму по t_0 и φ_0 наносится точка А.
2. Через точку А проводится линия постоянного влагосодержания $x_0=x_1=const$ до пересечения с изотермой t_1 (точка В). Линия АВ характеризует процесс изменения параметров воздуха при его нагревании в калорифере.

3. По известным t_2 и φ_2 наносится точка C_1 , которая соединяется прямой линией с точкой В. Линия BC_1 соответствует изменению параметров воздуха в процессе реальной сушки. Через точку C_1 проводится линия $x_2 = \text{const}$ до пересечения с изоэнтальпией $I_1 = \text{const}$ в точке С. Отрезок CC_1 равен $I_2 - I_1 = \Delta/l$. Точка С характеризует параметры воздуха на выходе из теоретической сушилки, а линия ВС соответствует изменению параметров воздуха идеального процесса сушки.

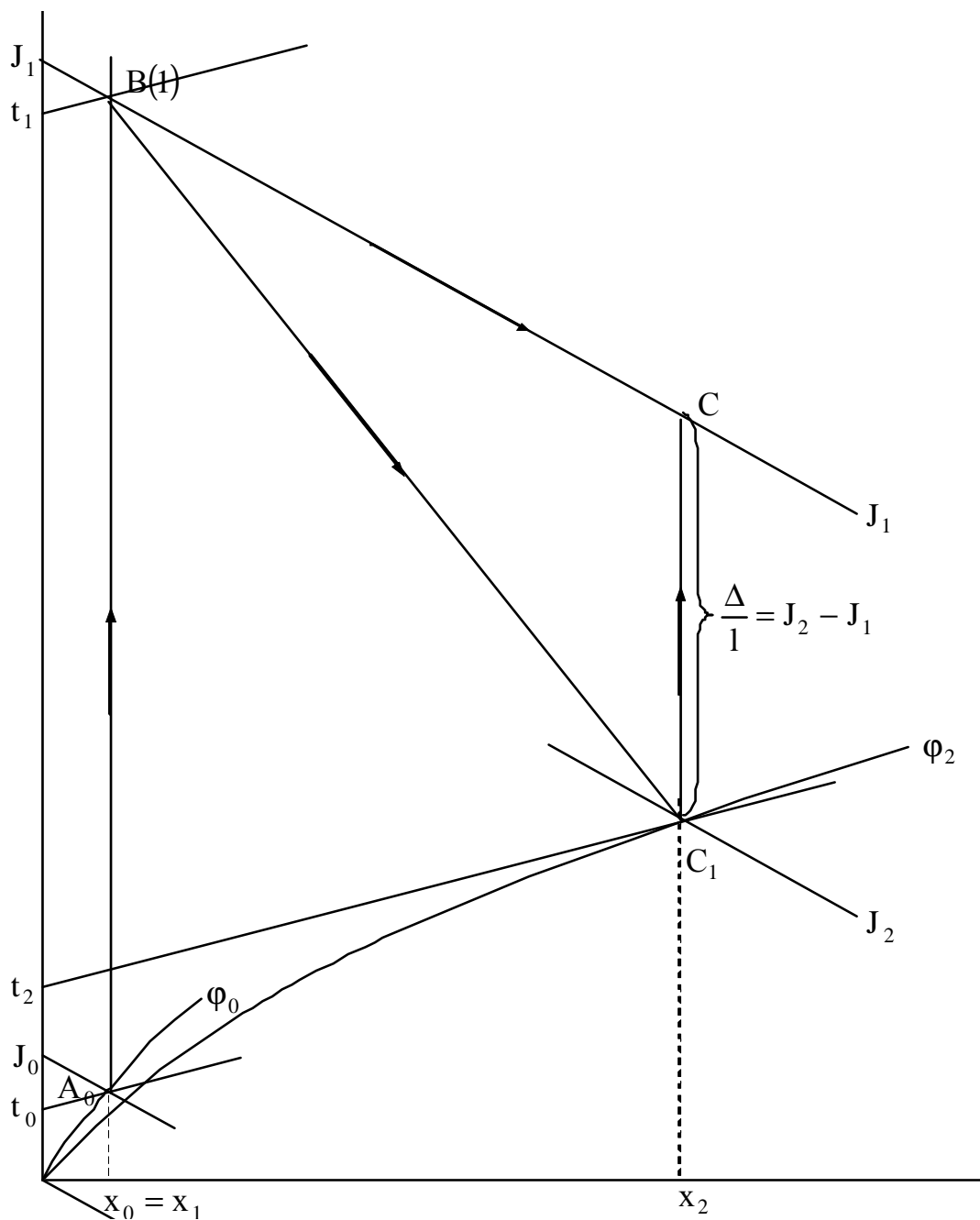


Рис. 4.4. Построение линий изменения параметров сушильного агента в процессе сушки

Кинетическая закономерность процесса удаления свободной влаги
(испарения с поверхности)

Скорость сушки (v) определяется массой влаги (dW), удаленной по отношению к одному килограмму абсолютно сухого вещества материала ($G_{a.c}$) в единицу времени ($d\tau$), т.е. это изменение абсолютной влажности высушиваемого образца (dW^a) в единицу времени:

$$v = \frac{dW}{G_{a.c} \cdot d\tau} = \frac{dW^a}{d\tau} . \quad (4.17)$$

Часто вместо скорости сушки определяют пропорциональную ей величину – интенсивность испарения влаги (U), равную массе влаги, удаленной в единицу времени с единицы поверхности материала (F):

$$Y = \frac{dW}{F \cdot d\tau} \quad \frac{\text{кг влаги}}{\text{м}^2 \cdot \text{с}} . \quad (4.18)$$

Как скорость любого процесса, интенсивность испарения пропорциональна движущей силе (Δ') и обратно пропорциональна сопротивлению (r):

$$Y = \frac{\Delta'}{r} = \beta \cdot \Delta' , \quad (4.19)$$

где $\beta = \frac{1}{r}$ - константа скорости процесса, в данном случае коэффициент массоотдачи от поверхности материала к окружающему воздуху.

Движущая сила процесса сушки может быть выражена различным образом: как разность температур сушильного агента в его объеме (t) и в поверхностном слое (t_m), которая называется потенциалом сушки (χ):

$$\chi = t - t_m ; \quad (4.20)$$

как разность давлений насыщенного пара при температуре поверхности материала (P_H) и парциального давления его в объеме сушильного агента (P_n):

$$\Delta P = P_H - P_n ; \quad (4.21)$$

как разность влагосодержаний воздуха в поверхностном слое (x_H) и в объеме сушильного агента (x):

$$\Delta x = x_H - x . \quad (4.22)$$

Значение движущей силы процесса для заданного сечения сушильной камеры (заданных параметров сушильного агента) можно определить по диаграмме I-x влажного воздуха [см. (рис. 4.5)].

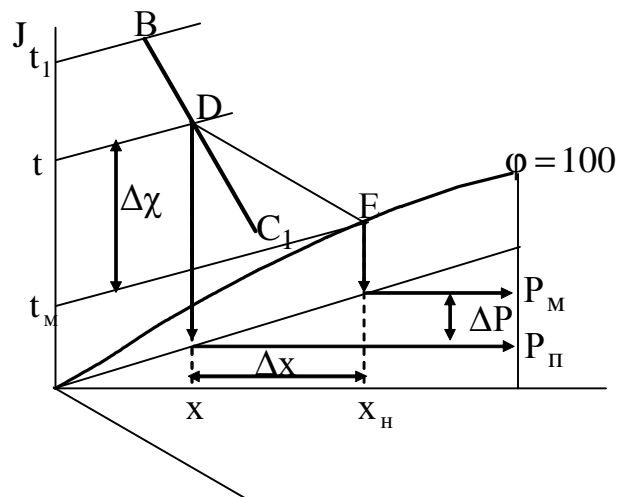


Рис. 4.5. Определение локального значения движущей силы процесса сушки

Отрезок прямой BC_1 соответствует изменению параметров воздуха в процессе сушки. На этом отрезке выделим произвольную точку D , характеризующую текущие значения параметров воздуха в сушильной камере: температуру t , влагосодержание x и парциальное давление водяного пара P_{Π} . Параметры воздуха над поверхностью материала будут характеризоваться точкой E , которая находится на пересечении изоэнтальпии $I = \text{const}$, проведенной через точку D , и линии насыщения ($\phi=1$). Точка E определяет температуру поверхности материала t_m , давление насыщенного пара над поверхностью P_n и влагосодержание насыщенного воздуха в приповерхностном слое x_n . Таким образом, для точки D движущую силу процесса сушки (испарения) можно выразить как $\chi = t - t_m$; $\Delta P = P_n - P_{\Pi}$; $\Delta x = x_n - x$.

В зависимости от способа выражения движущей силы уравнение (4.19) можно переписать следующим образом:

$$Y = \frac{dW}{F \cdot d\tau} = \beta_t \cdot \chi_{cp} = \beta_p \cdot \Delta P_{cp} = \beta_x \cdot \Delta x_{cp} , \quad (4.23)$$

β_t , β_p и β_x - коэффициенты массоотдачи при движущей силе, выраженной как разность температур, давлений и влагосодержаний $\beta_t \neq \beta_p \neq \beta_x$, так как $\chi_{cp} \neq \Delta P_{cp} \neq \Delta x_{cp}$.

Коэффициент массоотдачи может быть определен из критериального уравнения, учитывающего гидродинамику движения сушильного агента, его физические свойства.

Цель работы: изучение параметров влажного воздуха и их взаимосвязи; ознакомление с I-x диаграммой и приобретение практических навыков работы с ней; построение процесса изменения параметров сушильного агента в сушильной установке на диаграмме состояния влажного воздуха; составление теплового баланса сушильного процесса и определение его основных характеристик; изучение и расчет кинетических закономерностей процесса сушки.

Изучение процесса возможно на двух аналогичных лабораторных установках, принципиально отличающихся только геометрическими размерами высушиваемого материала (рис. 4.6, 4.7).

Основным элементом лабораторных установок являются сушильные камеры 1, в верхних частях которых расположены увлажнительные устройства, равномерно распределяющие влагу по поверхности материала.

В качестве материала используется хлопчатобумажная ткань, натянутая либо на цилиндрический каркас (установка 1), либо выполненная виде прямоугольного образца (установка 2). Вода из мерного цилиндра (либо бюретки) смачивает поверхность ткани, а избыток воды (если он есть) стекает в накопительные цилиндры. Температура воды, поступающей в увлажнители, контролируется соответствующими термометрами 7 и 11. Воздух подается от компрессора через регулировочные краны и ротаметры в электрокалориферы (10 и 3), где производится его нагрев.

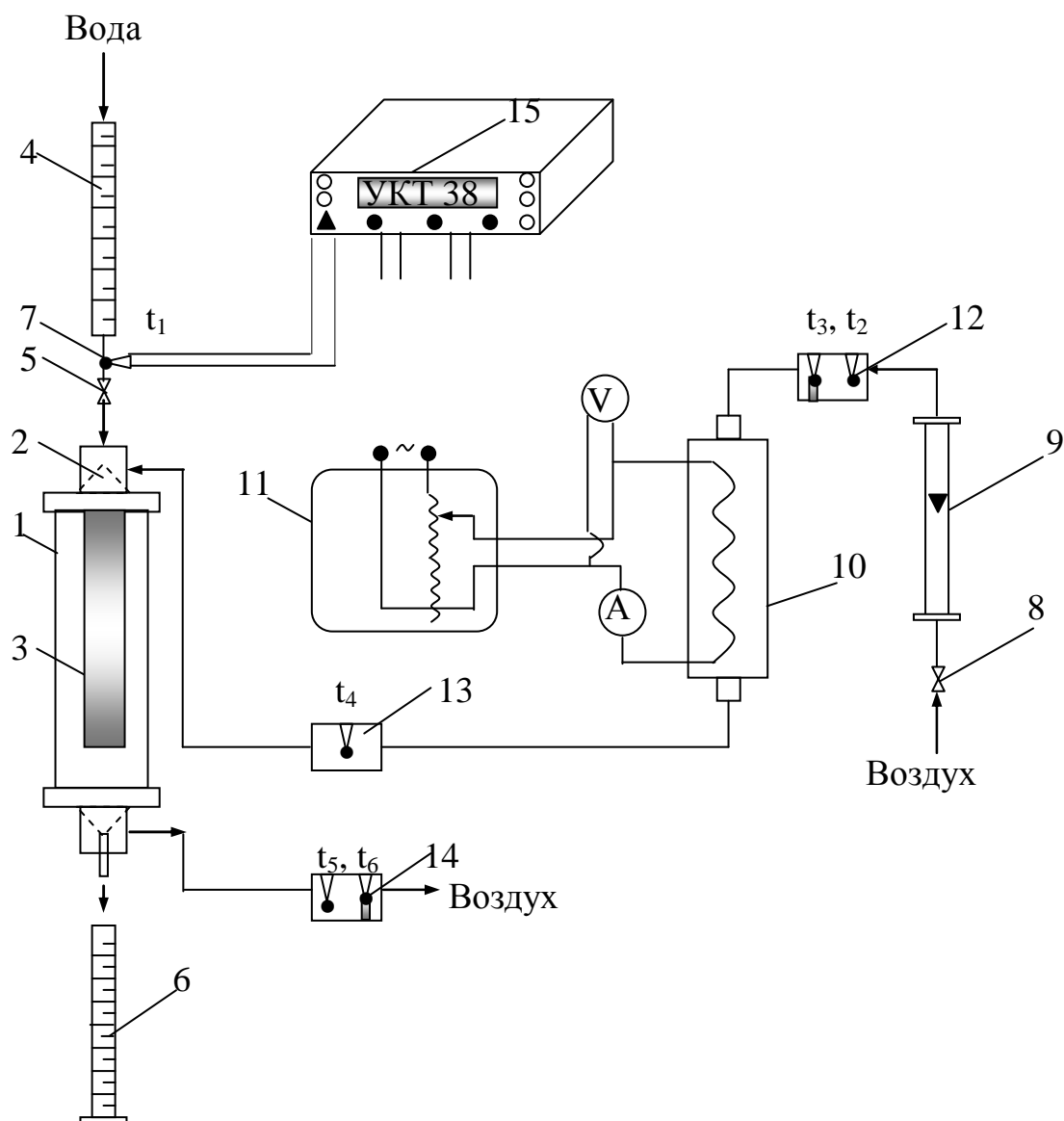


Рис. 4.6. Схема лабораторной установки №1:

1 – сушильная камера; 2 – увлажнитель материала; 3 – высушиваемый материал; 4 – мерная бюретка; 5 – дозатор подачи; 6 – мерный цилиндр; 7 – термомпара; 8 – регулировочный кран для воздуха; 9 – ротаметр; 10 – электрокалорифер; 11 – регулятор напряжения (РНО); 12,13,14 – сухие и мокрые термомпары: температуры воды – t_1 ; температуры сухого и мокрого термометров воздуха на входе в калорифер – t_2, t_3 ; температуры воздуха после калорифера – t_4 ; температуры сухого и мокрого термометров воздуха на выходе из камеры – t_5, t_6 ; 15 – цифровой прибор регистрации температуры

Мощность нагревателей калориферов устанавливается при помощи регуляторов напряжения 11 и 12 и замеряется амперметром и вольтметром. Для измерения температуры и относительной влажности воздуха на входе в калориферы установлены сухие и мокрые термодатчики 12 и 8, а для этой же цели на выходе из зоны испарения – термодатчики 14 и 10. Температура воздуха после калориферов замеряется термодатчиками 4. Все термодатчики подсоединены к цифровым приборам 15 и 13.

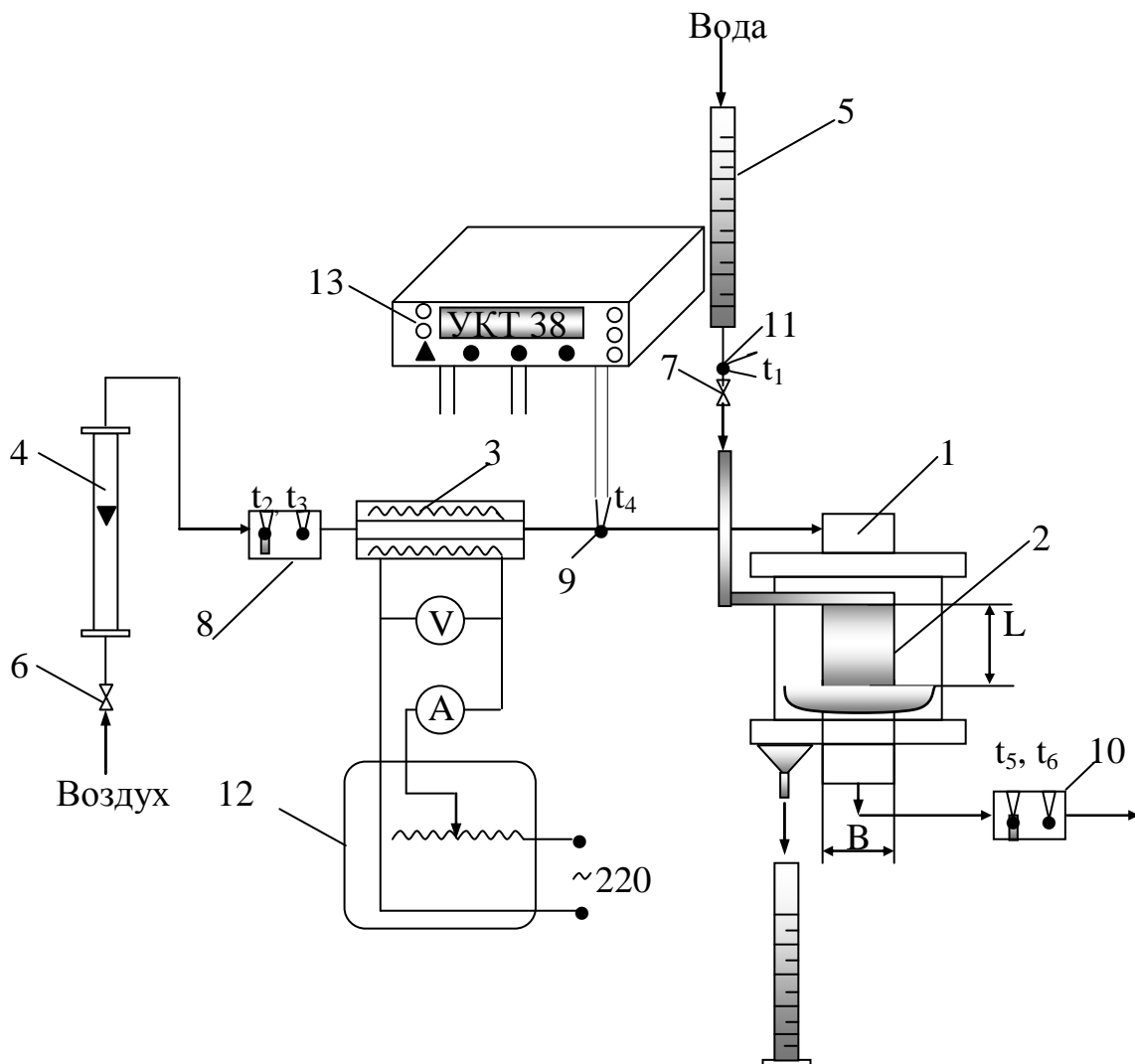


Рис. 4.7. Схема лабораторной установки №2:

1-камера; 2-материал; 3-нагреватель калорифера; 4-ротаметр; 5-увлажнитель материала; 6 и 7 - краны подачи воздуха и влаги; 8 и 10-камеры установки термодатчиков атмосферного и отработанного воздуха; 9-термодатчик нагретого воздуха; 11-термодатчик увлажнителя; 12-регулятор напряжения; 13-цифровой прибор регистрации температуры; $S=0,0063 \text{ м}^2$ - площадь проходного сечения камеры, $H=0,13$ и $B=0,12$ м- длина и ширина материала

Методика проведения эксперимента

Перед включением установки в работу необходимо визуально проверить ее исправность, залить водой, имеющей комнатную температуру, мерные цилиндры и проверить наличие воды в стаканчиках мокрых термопар.

Включение установки проводится в следующей последовательности:

1. Подать воздух на установку, при помощи крана установить заданное преподавателем положение поплавка ротаметра, а по калибровочному графику определить расход воздуха. В дальнейшем в процессе работы расход воздуха должен поддерживаться строго постоянным.
2. Включить напряжение и, вращая рукоятку регулятора напряжения, установить заданную силу тока, которая в дальнейшем поддерживается постоянной.
3. Включить воду из мерного цилиндра и при помощи дозатора подачи установить заданный расход (1-2 капли воды в секунду), который при выполнении работы должен быть постоянным.
4. Разогреть систему. Контроль за разогревом необходимо проводить по температуре воздуха на выходе из калорифера ($t_4 = \text{const}$). Замеры ее производить не чаще чем через 5 минут.
5. По окончании разогрева $t_4 = \text{const}$ (выход установки в стационарный режим) записывать в таблицу опытных данных значения термопар по цифровому прибору через 5 минут в течение 20 минут: t_1 – температура воды на входе в сушильную камеру; t_2 и t_3 – температура воздуха по сухой и мокрой термопарам на входе в калорифер; t_4 – температура воздуха на выходе из нагревателя (на входе в сушильную камеру); t_5 и t_6 – температура воздуха по сухой и мокрой термопарам на выходе из сушильной камеры. Записать значение амперметра и вольтметра.

6. По психометрической таблице определить влажность воздуха на входе ($\phi_{вх}$) и на выходе ($\phi_{вых}$) из сушильной камеры. Соотношение $\phi_{вых} > \phi_{вх}$ является условием правильно проведенного эксперимента.

7. Выключить установку.

Данные эксперимента заносятся в табл. 4.1.

Таблица 4.1

Значения экспериментальных данных

Вре- мя τ , мин	Расход воздуха		Мощность		Температура, $^{\circ}\text{C}$						Высота зоны испарения H , мм
	Деления ротаметра	кг/с	Сила тока I , А	Напря- жение U , В	θ_1	t_2	t_3	t_4	t_5	t_6	

Обработка результатов эксперимента

1. На диаграмме I-x влажного воздуха строятся процессы реальной и теоретической сушки. Для каждой из точек А, В, С₁, С определяются параметры влажного воздуха, которые заносятся в табл. 4.2.

2. Используя данные табл. 4.2 рассчитывают материальный и тепловой балансы.

Материальный баланс. Рассчитывают расход абсолютно сухого воздуха, кг а.с.в./с

$$L = L_{вл} (1 - x_0), \quad (4.24)$$

где $L_{вл}$ – массовый расход влажного воздуха (кг/с), определяемый по калибровочному графику ротаметра 9.

Значения расчетных данных

№ п/п	Точка замера	t °C	φ доли един.	x кг/кг	x _н кг/кг	I кДж/кг	P мм рт.ст.	При меча ние
1	A (0) – атмосферный воздух							
2	B (1)- воздух на выходе из калорифера							
3	C ₁ (2) – воздух на выходе из зоны сушки – реальный процесс							
4	C – воздух на выходе из зоны сушки – идеальный процесс							

Определяют удельный расход абсолютно сухого воздуха (кг а.с.в./кг влаги)

$$\ell = \frac{1}{x_2 - x_0} . \quad (4.25)$$

Рассчитывают массовый расход испаренной влаги (воды), кг/с:

$$W = \frac{L}{\ell} . \quad (4.26)$$

3. Тепловой баланс. Для данной экспериментальной установки удельные потери теплоты на нагрев материала и транспортных устройств равны нулю. Поэтому удельные потери теплоты в окружающую среду могут быть определены следующим образом:

$$q_{\text{п}} = c_{\text{в}} \cdot \theta_1 - \frac{I_2 - I_1}{x_2 - x_1} \frac{\text{кДж}}{\text{кг влаги}} . \quad (4.27)$$

Значение I_1 , I_2 , x_1 , x_2 – выбираются из табл. 4.2 для соответствующих точек.

4. Удельный расход теплоты в калорифере на нагревание воздуха, кВт:

$$q_k = \ell(I_1 - I_0). \quad (4.28)$$

5. Коэффициент полезного действия калорифера, %:

$$\eta_{\text{кал}} = \frac{10q_k W}{JU}, \quad (4.29)$$

J – сила тока, А; U – напряжение, В; обе величины определяются по показаниям приборов.

6. Коэффициент полезного действия сушильной камеры, %:

$$\eta_{\text{суш}} = 100 \left(1 - \frac{q_{\text{п}}}{q_k} \right). \quad (4.30)$$

7. Интенсивность испарения влаги по опытным данным рассчитывается по формуле:

$$Y = \frac{W}{F}. \quad (4.31)$$

Площадь поверхности испарения F для установки №1 рассчитывается по формуле $F = \pi dH$, а для установки №2 по формуле $F = 2BH$.

8. Поскольку движущая сила меняется по длине зоны сушки, то при расчете необходимо определять ее среднее значение. Сначала находится движущая сила процесса на входе в сушилку (т. В) $\Delta x_1 = x_{1\text{н}} - x_1$ и для выхода воздуха из зоны сушки (т.С₁) $\Delta x_2 = x_{2\text{н}} - x_2$ [см. (рис. 4.8)].

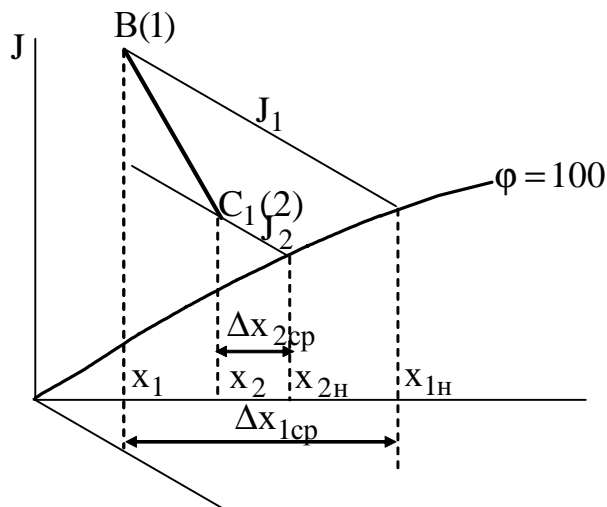


Рис. 4.8. Определение средней движущей силы процесса сушки

В дальнейшем анализе возможны следующие варианты.

При $\frac{\Delta x_1}{\Delta x_2} < 2$ средняя движущая сила находится как средняя

арифметическая разность влагосодержаний:

$$\Delta x_{cp} = \frac{\Delta x_1 + \Delta x_2}{2} . \quad (4.32)$$

При $\frac{\Delta x_1}{\Delta x_2} > 2$ движущая сила находится как средняя логарифмическая

разность влагосодержаний:

$$\Delta x_{cp} = \frac{\Delta x_1 - \Delta x_2}{\ln \frac{\Delta x_1}{\Delta x_2}} .$$

9. Рассчитывают скорость движения воздуха в камере (м/с).

Для установки №1 по выражению:

$$W_{\Gamma} = \frac{L_{вЛ}}{\rho_{\Gamma} \left[\frac{\pi D^2}{4} - \frac{\pi d^2}{4} \right]}, \quad (4.33)$$

где $D=0,3$ м – диаметр корпуса сушильной камеры; $d=0,1$ м – диаметр каркаса материала.

Для установки N2 по выражению:

$$W_{\Gamma} = \frac{L_{вЛ}}{\rho_{\Gamma} S}, \quad (4.34)$$

где $S=0,0063$ м² – площадь проходного сечения камеры.

10. Определяют гидродинамический режим движения воздуха:

$$Re = \frac{W_{\Gamma} \rho_{\Gamma} H}{\mu_{\Gamma}} . \quad (4.35)$$

11. Находят диффузионный критерий Прандтля для воздуха:

$$Pr_{дг} = \frac{\nu}{D_{п}} , \quad (4.36)$$

где $D_{\text{п}}$ – коэффициент диффузии водяного пара в воздухе, $\text{м}^2/\text{с}$; ν – кинематический коэффициент вязкости воздуха, $\text{м}^2/\text{с}$, определяется по справочным данным при средней температуре воздуха в камере испарения $t_{\text{ср}}=0,5(t_1+t_2)$.

$$D_{\text{п}} = 21,9 \cdot 10^{-6} \frac{P_0}{P} \left(\frac{T_{\text{ср}}}{T_0} \right)^{1,5} . \quad (4.37)$$

В этой формуле $P_0=760$ мм рт. ст. давление при нормальных физических условиях, P – атмосферное давление.

12. Рассчитывают параметрический критерий Гухмана:

$$Gu = \frac{T_{\text{с}} - T_{\text{м}}}{T_{\text{с}}} , \quad (4.38)$$

где $T_{\text{с}}$ и $T_{\text{м}}$ – температура сухого и мокрого термометров, К.

13. Определяют диффузионный критерий Нуссельта по газовой фазе по критериальному уравнению:

$$Nu_{\text{дг}} = A \cdot Re_{\text{г}}^n \cdot Pr_{\text{дг}}^{0,33} \cdot Gu^{0,135} . \quad (4.39)$$

За определяющий размер здесь принята длина пути воздуха вдоль поверхности испарения. Значения коэффициентов A и n зависят от критерия $Re_{\text{г}}$ и приводятся в табл. 4.3.

Таблица 4.3

Значения коэффициентов A и n в уравнении (4.39)

$Re_{\text{г}}$	A	n
1 ÷ 200	0,9	0,5
200 ÷ 6000	0,87	0,54
6000 ÷ 70000	0,347	0,65

14. Рассчитывают коэффициент массоотдачи β ($\text{м}/\text{с}$) по выражению:

$$\beta = \frac{Nu_{\text{дг}} \cdot D}{H} . \quad (4.40)$$

15. Коэффициент массоотдачи β_x $\frac{\text{кг влаги}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{кг вл./кг а.с. в - ва}}$ определяется по уравнению

$$\beta_x = \beta \cdot \rho_r , \quad (4.41)$$

ρ_r – плотность воздуха на входе в испарительную камеру, кг/м^3

$$\rho_r = \rho_0 \frac{P}{P_0} \frac{T_0}{T} , \quad (4.42)$$

ρ_0 – плотность воздуха при нормальных условиях: $T_0=273$ К и $P_0=760$ мм рт.ст.; P – абсолютное давление воздуха, которое можно принять равным атмосферному давлению P_0 ; $T=t+273$ К – абсолютная температура воздуха.

16. Находится интенсивность испарения влаги по уравнению массоотдачи:

$$Y = \beta_x \cdot \Delta x_{\text{ср}} . \quad (4.43)$$

17. Делаются выводы по работе.

Вопросы для самоконтроля

1. Конвективная сушка, физическая сущность процесса.
2. Основные параметры влажного воздуха.
3. Структура I-x диаграммы и определение по ней параметров влажного воздуха.
4. Изображение теоретического процесса сушки на диаграмме влажного воздуха. Определение температуры мокрого термометра.
5. Материальный баланс процесса сушки.
6. Тепловой баланс воздушной калориферной однозонной сушилки.
7. Понятие внутреннего теплового баланса сушильной камеры.
8. Изображение действительного процесса сушки на диаграмме влажного воздуха. Определение требуемого расхода воздуха и теплоты на сушку.
9. Движущая сила процесса сушки. Расчет ее среднего значения.

РАБОТА № 5. ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ПРОЦЕССА СУШКИ

Под кинетикой процесса сушки понимают изменение средних по объему высушиваемого тела влажности и температуры с течением времени. Кинетика сушки влажного материала определяет выбор оптимальных параметров сушильного агента (температуры, давления, влажности), конструкцию и основные размеры сушильного устройства. Детальное изучение кинетики позволяет организовать процесс сушки с наименьшими энергозатратами и получать продукт высокого качества.

Поскольку сушка является типичным тепло- и массообменным процессом, то ее кинетика будет определяться, в первую очередь, формой связи влаги с материалом. В зависимости от величины энергии связи влаги (воды) с сухим веществом материала различают (по классификации П.А. Ребиндера) следующие формы:

1. Химическая (ионная и молекулярная) связь. Вода в этом случае входит в состав молекулы данного химического соединения в строго определенных стехиометрических соотношениях (вода кислот, оснований, кристаллогидратов). Химически связанная вода может быть выделена из молекулы соединения при помощи химической реакции или прокаливании. В процессе сушки она не удаляется.
2. Физико-химическая (адсорбционная и осмотическая) связь включает влагу, поглощенную в виде пара из окружающей газовой среды и удерживаемую на поверхности вещества под действием ее молекулярного силового поля (адсорбированная вода), а также влагу, входящую в состав растительных и животных клеток (осмотическая).
3. Физико-механически связанная вода представляет собой жидкость, захваченную при образовании структуры геля, находящуюся в порах и макрокапиллярах материала, с также влагу смачивания, обусловленную прилипанием воды при непосредственном соприкосновении ее с поверхностью тела.

К макрокапиллярам относятся такие, которые не обладают капиллярными свойствами, в них не наблюдается изменения давления пара по сравнению с его значением для свободной жидкости. Считается, что радиус макрокапилляра $R > 10^{-5}$ см.

Физико-механически связанная влага называется свободной и может быть удалена даже механическим путем.

Необходимо отметить, что резкой границы между отдельными видами связи жидкости с телом не существует: одна форма связи постепенно уменьшается за счет преобладания другой.

При исследовании процесса сушки имеют дело с физико-химической и физико-механической формами связи влаги с материалом. Количественно содержание влаги в материале оценивается его влажностью. Различают относительную влажность (ω), т.е. массу влаги, содержащуюся в материале (W , кг), отнесенную к общей массе образца (G , кг),

$$\omega = \frac{W}{G} = \frac{W}{G_{ac} + W} \quad (5.1)$$

и абсолютную влажность (ω^c), определяемую по отношению к 1 кг абсолютно сухого вещества в исследуемом материале (G , кг),

$$\omega^c = \frac{W}{G_{ac}}. \quad (5.2)$$

И относительная и абсолютная влажности выражаются в долях единицы или в процентах. При анализе процесса сушки удобнее пользоваться абсолютной влажностью, т.к. количество абсолютно сухого вещества в образце при любых условиях остается постоянным.

При расчете влажности по формулам (5.1) и (5.2) получается ее среднее значение в данном материале. Значение относительной ω и абсолютной ω^c влажностей связаны следующими зависимостями:

$$\omega^c = \omega / (1 - \omega), \quad (5.3)$$

$$\omega = \omega^c / (1 + \omega^c). \quad (5.4)$$

При исследовании кинетики сушки необходимо установить влияние на скорость протекания процесса различных внешних и внутренних факторов. Скорость сушки определяется уменьшением влажности $d\omega^c$ за некоторый бесконечно малый отрезок времени $d\tau$, т.е.

$$v = \frac{d\omega^c}{d\tau} \quad (5.5)$$

или для конечных отрезков времени скорость сушки определяется количеством влаги (ΔW), удаленной по отношению к 1 кг абсолютно сухого вещества материала (G_{ac}) в единицу времени ($\Delta\tau$), и средняя скорость в данном случае будет равна

$$v_{cp} = \frac{\Delta W}{G_{ac} \Delta\tau} = \frac{\Delta\omega^c}{\Delta\tau}. \quad (5.6)$$

Следует отличать скорость сушки от интенсивности сушки, которая определяет массу влаги (dW), удаленную с единицы поверхности материала (F) за единицу времени ($d\tau$). При анализе процесса удобнее пользоваться понятием скорости сушки, т.к. истинную поверхность материала зачастую определить очень трудно. Кроме того, в процессе высушивания она может изменяться (уменьшаться) для материалов, дающих усадку.

Механизм переноса вещества внутри твердой фазы сложен, так как часть влаги испаряется внутри материала и перемещение ее к поверхности происходит в виде жидкости и пара одновременно за счет действия различных сил. Для жидкой фазы это капиллярные, осмотические, гравитационные, термокапиллярные и др. силы, а для паровой фазы – молярный перенос, молекулярная диффузия, бародиффузия, термодиффузия. Удельный вес потоков фаз и действующих сил зависит от большого числа факторов, включающих в себя как внутренние, связанные со структурой высушиваемого тела, так и внешние параметры процесса и свойства сушильного агента. Кроме того, соотношение потоков и сил меняется с протеканием процесса. Все это создает сложную картину переноса, не

поддающуюся аналитическому расчету, основанному на количественном анализе составляющих ее процессов переноса влаги.

Кинетика сушки влажного материала обычно исследуется экспериментально путем нахождения зависимостей температуры прогрева высушиваемого материала $t = f_1(\tau)$, кривой сушки и скорости сушки. Во всех этих зависимостях легко установить наличие трех этапов протекания процесса.

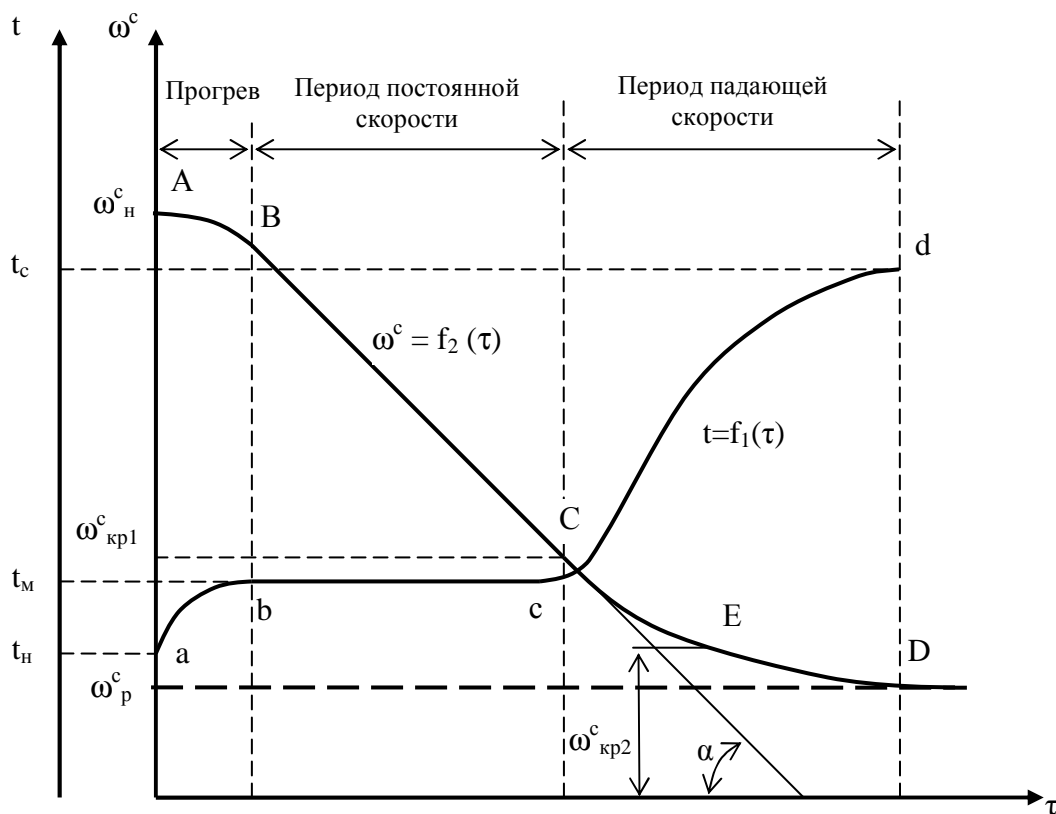


Рис. 5.1. Кривая сушки и прогрева высушиваемого материала

На температурной кривой вначале наблюдается прогрев материала от температуры, с которой он вносится в сушилку (t_n), до температуры мокрого термометра (t_m), отвечающей температуре и влажности сушильного агента, поступающего в сушку (участок ab). Затем температура материала остается постоянной, равной температуре мокрого термометра, до тех пор, пока не удалится вся свободная влага (участок bc). После этого происходит постепенное повышение температуры материала и в конце процесса сушки

она может сравняться с температурой сушильного агента, находящегося в контакте с сухим материалом (участок cd).

В период прогрева материала наблюдается сравнительно медленное удаление влаги (участок АВ на кривой сушки $\omega^c = f_2(\tau)$). Затем условно выделяют прямолинейный участок ВС, который называется первым периодом сушки. Он соответствует удалению свободной влаги, покрывающей поверхность материала. После чего начинается удаление связанной влаги (участок CD) – второй период сушки. Точка С, разделяющая первый и второй периоды сушки, называется критической точкой, а влажность материала, соответствующая ей, – первой критической влажностью. Конечная влажность материала (точка D) характеризует его равновесную влажность (ω_p) при данных условиях сушки.

По кривым сушки строятся кривые скорости сушки, представляющие собой графическое выражение функции $v = f_3(\tau)$ или скорости сушки от абсолютной влажности образца [см. (рис. 5.2)]. Скорость сушки определяется по кривой сушки путем графического дифференцирования как тангенс угла наклона касательной, проведенной к кривой сушки в данной точке, к оси абсцисс (угол α на рис. 5.1).

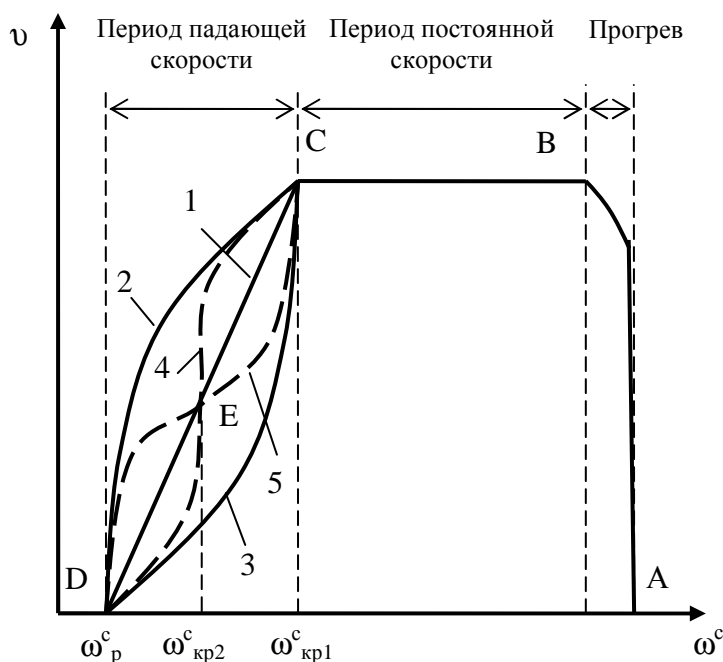


Рис. 5.2. Кривая скорости сушки $v = f(\omega^c)$

На кривой скорости сушки различаются те же периоды, что и на кривых сушки и температуры материала. Начальный участок кривой АВ, соответствующий увеличению скорости сушки, отвечает прогреву материала при помещении его в сушилку. За ним следует горизонтальный отрезок ВС – период постоянной скорости сушки, которая в данном периоде лимитируется скоростью внешней диффузии (массоотдачи) влаги, т.е. ее перехода с поверхности испарения в окружающую среду. Скорость сушки в данном периоде будет зависеть от температуры и влажности сушильного агента, общего давления в сушилке и гидродинамики процесса.

В первой критической точке С удаляется механически связанная влага и наступает второй период (отрезок ВС на рис. 5.2) падающей скорости сушки. Для него характерно изменение давления водяного пара над поверхностью образца в зависимости от влажности материала, т.е. $P_m = f(\omega^c)$, что сказывается на уменьшении величины движущей силы процесса $\Delta P = P_m - P_n$, ведущем к снижению его скорости. Кривые скорости сушки в период падающей скорости могут быть различной конфигурации (линии 1-5 на рис. 5.2), по их виду можно судить о форме связи влаги с материалом. Так, линия 1 является прямой, она характерна для тонких пористых материалов (бумага, тонкий картон, ткань и т.д.). Линия типа 2 соответствует сушке коллоидных тел, а линия типа 3 – пористых керамических материалов. Все эти линии имеют одну критическую точку С. Материалам, имеющим более сложную структуру, присущи более сложные кривые скорости сушки. Кривая 4 характерна для сушки глины, а кривая 5 – сухарей. На этих кривых наблюдается вторая критическая точка Е, которой соответствует вторая критическая влажность ($\omega_{кр2}$). По мере удаления внутренней влаги материала давление водяного пара над его поверхностью уменьшается, приближаясь в пределе к величине парциального давления паров воды в сушильном агенте P_n . Следовательно, движущая сила процесса сушки уменьшается, приближаясь к нулю $\Delta P = P_n - P_n \rightarrow 0$, и скорость процесса асимптотически приближается к нулю.

Момент времени, когда давление пара над поверхностью материала будет равно парциальному давлению паров воды в окружающей среде, соответствует установлению динамического равновесия воды в материале с влагой сушильного агента, движущая сила процесса становится равной нулю, и сушка заканчивается (т. D, рис. 5.1, 5.2). Влажность материала, соответствующая т. D, называется, равновесной (ω_p). Поскольку она отвечает равенству $P_m = P_n$ ($P_m - P_n = 0$), то на величину равновесной влажности будут воздействовать факторы, влияющие на значения P_m или P_n . К ним относятся: форма связи влаги с материалом, общее давление в сушилке, влажность и температура сушильного агента.

Кривые сушки, скорости сушки и прогрева материала имеют большое практическое значение. Они позволяют установить время сушки, оценить формы связи влаги с материалом, выбрать оптимальный вариант и режим сушки. Они используются при проектировании и расчете промышленных сушилок.

Цель работы: выяснение кинетических особенностей процесса сушки влажного материала: построение и анализ кривых сушки и скорости сушки. Установление влияния различных факторов (температуры, скорости воздуха, толщины образца материала) на скорость сушки в первом и втором периодах, на величину равновесной влажности и время протекания процесса.

Методика проведения эксперимента

В лаборатории имеются установки для исследования процесса сушки при проведении его различными способами (конвективная, вакуумная и терморadiационная сушка). Схемы различных установок и порядок работы на них приведены ниже. Методика проведения эксперимента во всех случаях одинакова.

В первую очередь устанавливается заданный режим работы сушилки: температура и расход сушильного агента для конвективной сушилки; заданная величина вакуума и температура для вакуумной сушилки.

С поверхности полученного от преподавателя исследуемого образца удаляется избыточная влага с помощью фильтровальной бумаги. От полученного материала отрезается небольшой образец (1 – 2 г), взвешивается и помещается в сушильный шкаф, где высушивается при температуре 105 – 110 °С до постоянного веса. Считается, что при данных условиях образец высохнет до абсолютно сухого состояния. Замеряется площадь поверхности исследуемого образца, который затем помещается в сушилку, где предварительно установлен заданный режим.

При исследовании сушки регулярно через определенные промежутки времени (2 – 10 мин) замеряются параметры процесса и текущие значения веса образца или убыли веса. Продолжительность интервала времени устанавливается преподавателем в зависимости от режима процесса и вида высушиваемого материала. Процесс сушки проводится до установления равновесной влажности, т.е. до получения постоянного веса исследуемого образца.

Полученные опытные и расчетные данные сводятся в таблицу.

№ п/п	Время	Масса	Температура	Влагосодержание	Скорость сушки

Обработка опытных данных

Рассчитываем количество абсолютно сухого вещества в образце:

$$G_{ac} = G_n \frac{m_k}{m_n}, \quad (5.7)$$

где G_n – начальный вес образца; m_n , m_k – начальная и конечная влажность контрольного образца.

Находим текущее влагосодержание:

$$\omega^c = (G - G_{ac}) / G_{ac} . \quad (5.8)$$

По полученным значениям абсолютной влажности строится кривая сушки. На этот же график наносится температурная кривая.

Определяем значения скорости сушки для ряда интервалов изменения влагосодержания:

$$v_{cp} = \frac{\Delta\omega^c}{\Delta\tau} . \quad (5.9)$$

Изменение влагосодержания и промежутки времени, за который оно произошло, следует брать со сглаженной кривой сушки (рис. 5.3), а не из таблицы опытных данных. Строится кривая скорости сушки (рис. 5.4).

Пример построения кривой скорости сушки

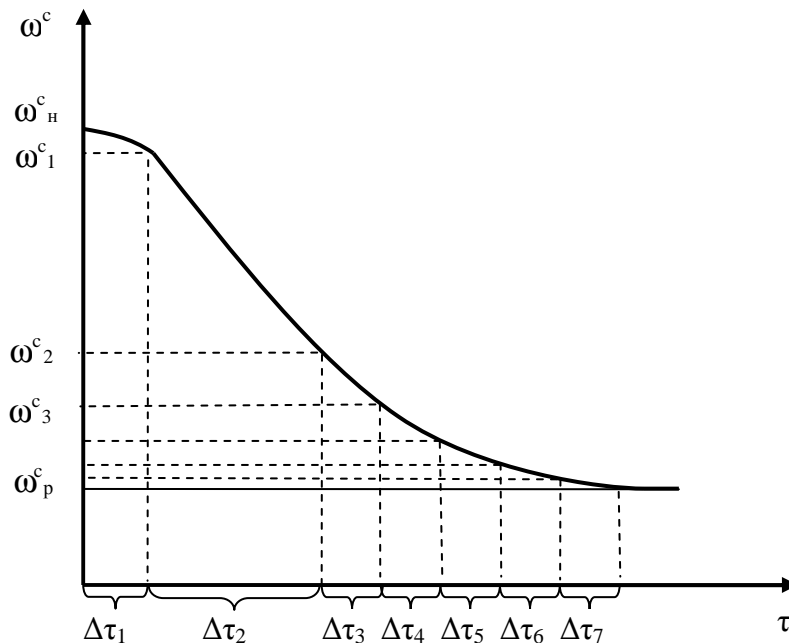


Рис. 5.3. Кривая сушки

По формуле (5.9) для полученных интервалов находим среднюю скорость:

$$v_1 = \frac{\omega^c_n - \omega^c_1}{\Delta\tau_1} ; v_2 = \frac{\omega^c_1 - \omega^c_2}{\Delta\tau_2} ; v_3 = \frac{\omega^c_2 - \omega^c_3}{\Delta\tau_3} ; \dots ; v_7 = \frac{\omega^c_6 - \omega^c_p}{\Delta\tau_7} .$$

Значение средней скорости для каждого интервала соответствует влагосодержанию в середине этого интервала.

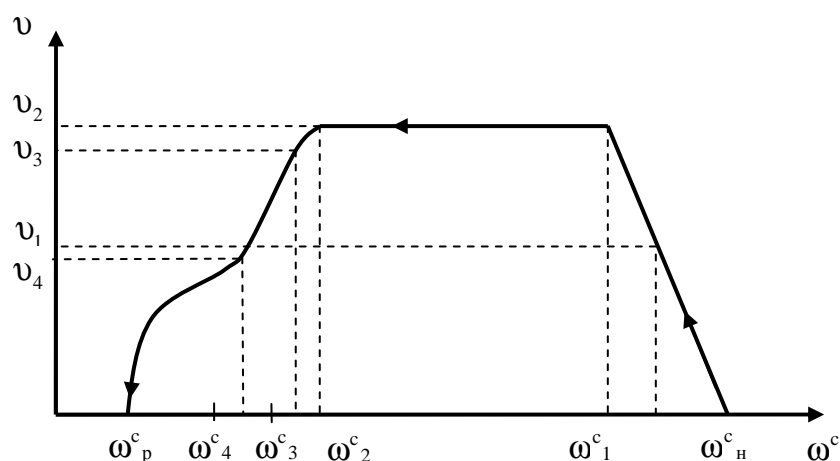


Рис. 5.4. Построение кривой скорости сушки

На основании построенных кривых сушки и скорости сушки делают выводы по работе.

Исследование процесса сушки в вакуумной сушилке

Материалы, свойства которых изменяются при высоких температурах вследствие коробления, растрескивания, разложения, окисляющиеся на воздухе и взрывоопасные продукты, целесообразно высушивать под вакуумом. В этом случае можно значительно снизить температуру проведения процесса без уменьшения его скорости. Если при сушке выделяются вредные или ценные вещества, также целесообразно проводить процесс под вакуумом. Вредные и ценные вещества, отводимые вакуум-насосом, не попадают в помещение цеха и могут быть уловлены из выхлопных газов.

Скорость сушки под вакуумом увеличивается за счет возрастания движущей силы процесса $\Delta P = P_n - P_{п.}$. Именно при понижении общего давления в сушилке уменьшается парциальное давление водяного пара в окружающей среде $P_{п.}$, в то время как давление пара над поверхностью материала P_n , определяющееся только температурой продукта, остается постоянным.

При сушке под вакуумом тепло передается материалу за счет теплового излучения и теплопроводности при контакте его с греющей поверхностью. Доля конвективного переноса тепла уменьшается с увеличением вакуума, и при малых абсолютных давлениях в аппарате становится пренебрежительно небольшой по сравнению с другими статьями подвода тепла.

Механизм процесса сушки под вакуумом при абсолютном давлении в аппарате большем 5 мм рт. ст. аналогичен механизму атмосферной сушки. Наблюдаются периоды постоянной и падающей скорости сушки. В первом периоде температура материала равна температуре насыщенного водяного пара, соответствующей давлению в камере, а во втором – возрастает, приближаясь в пределе к температуре греющей поверхности. Поскольку температура последней поддерживается достаточно высокой (для увеличения тепловых потоков), то в этом случае возникает опасность перегрева материала. Механизм сушки качественно изменяется при уменьшении остаточного давления в аппарате ниже 4,6 мм рт.ст., что соответствует кипению воды при 0 °С. В этом случае влага материала замерзает, и ее испарение происходит без плавления, наблюдается сушка сублимацией. При удалении влаги поверхность испарения перемещается в глубь материала, и перенос влаги внутри капилляров происходит путем эффузии.

Описание установки и порядок работы

Установка (рис. 5.5) состоит из сушильной камеры 1, герметически закрываемой крышкой 2. В камере при помощи вакуум-насоса 11 создается разрежение, величина которого регулируется при помощи вентилей 12 и контролируется по вакуумметру 9. Сушильная камера оборудована электронагревателем 7. для поддержания постоянной температуры, измеряемой термометром, служит регулятор 7. Исследуемый образец 5 подвешивается к пружинным весам 3, по шкале 4 которых определяется изменение его веса в процессе сушки.

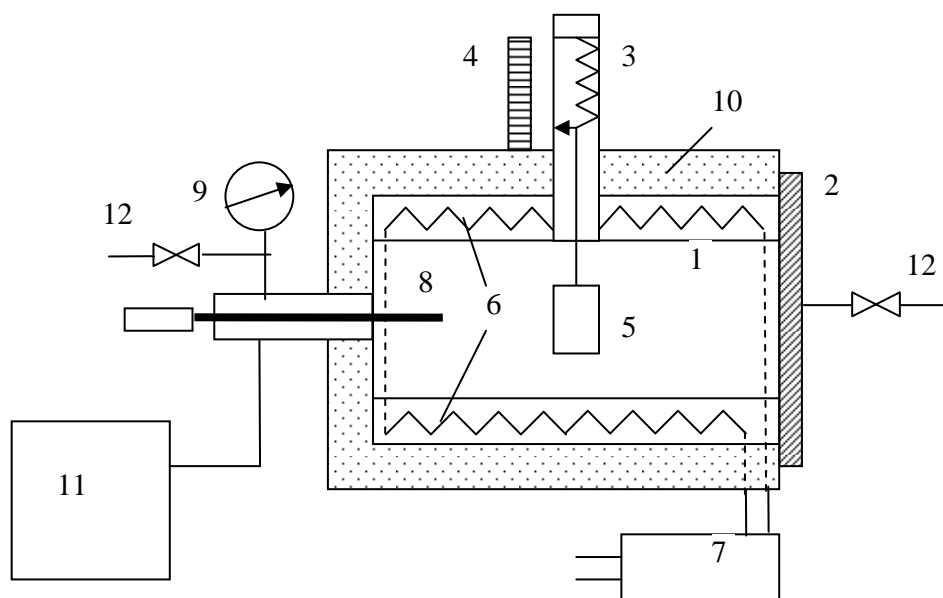


Рис. 5.5. Схема вакуумной сушилки: 1 – корпус сушилки; 2 – крышка; 3 – пружинные весы; 4 – шкала; 5 – образец; 6 – нагреватель; 7 – регулятор температуры; 8 – термометр; 9 – вакуумметр; 10 – теплоизоляция; 11 – вакуум-насос; 12 – регулировочный вентиль

Перед проведением опыта необходимо установить заданный режим процесса. Для этого камера сушилки 1 плотно закрывается крышкой 2 и включается вакуум-насос 11 и электрообогрев 6. При помощи регулировочных кранов 12 устанавливается заданная величина вакуума, а с помощью регулятора температуры 7 – температурный режим. Следует отметить, что сушилки обладают большой тепловой инерцией из-за наличия толстого слоя тепловой изоляции 10, поэтому регулирование температуры необходимо проводить путем незначительного передвижения ползунка на регуляторе температуры, каждый раз дожидаясь установления постоянного во времени значения температуры. По установлении заданного режима необходимо сбросить вакуум при помощи вентилей 12 и, отключив вакуум-насос 11, быстро открыть крышку 2, подвесить исследуемый образец 5 к весам 3. После этого сушилка герметизируется, включается насос 11 и по установлении заданной величины вакуума начинают производить измерения.

Отключать вакуум-насос при наличии разряжения в сушильной камере категорически запрещается!

Методика проведения опыта и построения кривых изложена выше.

Исследование процесса сушки в конвективной сушилке

В конвективных сушилках подвод тепла к высушиваемому материалу осуществляется путем конвективного теплообмена с сушильным агентом (воздухом), который предварительно нагревается в специальных устройствах. Особенности работы конвективной сушилки оказывают существенное влияние на скорость процесса в первом периоде сушки, когда она определяется скоростями подвода теплоты и внешней диффузией влаги.

Коэффициенты тепло- и массоотдачи определяются в данном случае гидродинамической обстановкой в аппарате (скоростью сушильного агента, направлением его движения относительно поверхности испарения, формой, размерами и компоновкой этой поверхности). Так, большой эффект дает применение локального обдува материала. В этом случае сушильный агент подается с большой скоростью по нормали к поверхности нагрева из специальных сопел или щелей.

Некоторым недостатком конвективных сушилок является сравнительно небольшая величина удельного теплового потока к поверхности испарения материала, объясняемая небольшими значениями коэффициентов теплоотдачи от газовой фазы.

Описание установки

Лабораторная установка (рис. 5.6) состоит из сушильной камеры 1, внутри которой к весам 4 подвешивается исследуемый образец 2. Сушильный агент (нагретый воздух) циркулирует в системе по всасывающему и нагнетательному воздуховодам при помощи центробежного вентилятора 4. Расход воздуха изменяется регулировочной диафрагмой 5 и контролируется при помощи измерительной диафрагмы 9 и подсоединенного к ней

микроманометра 10. Воздух в системе нагревается электрокалорифером 6, мощность которого регулируется регулятором напряжения 8. Температура воздуха в системе может поддерживаться на заданном уровне при помощи автоматического регулятора 7.

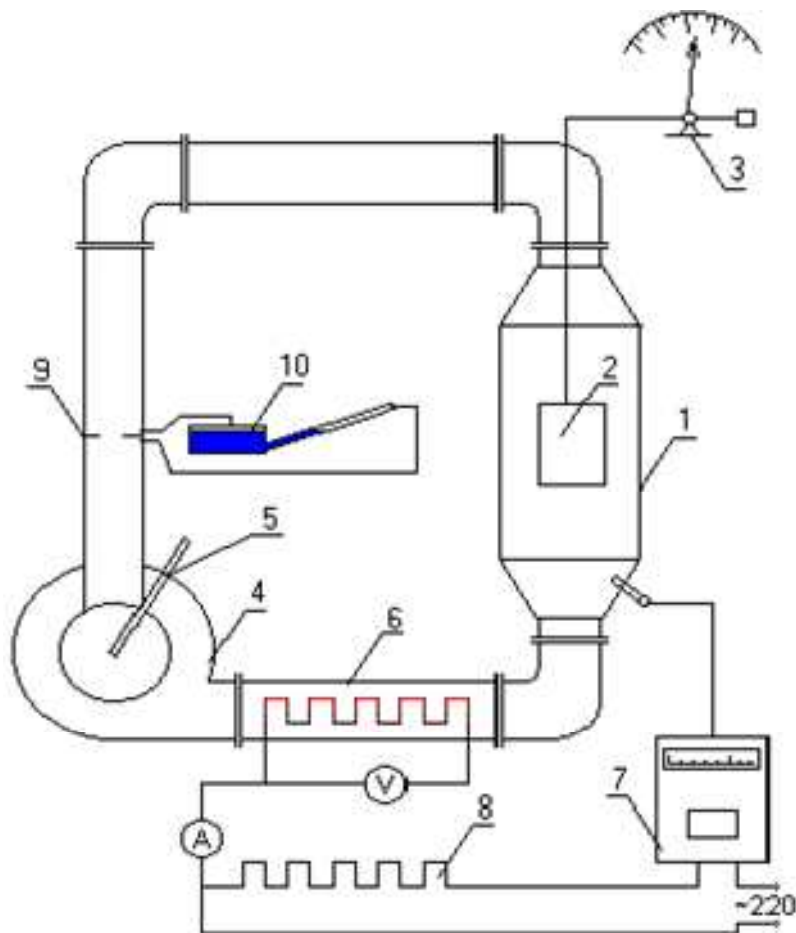


Рис. 5.6. Схема конвективной сушилки: 1 – сушильная камера; 2 – исследуемый образец; 3 – весы; 4 – вентилятор; 5 – регулировочная диафрагма; 6 – электронагреватель; 7 – регулятор температуры; 8 – регулятор напряжения; 9 – мерная диафрагма; 10 – микроманометр

При выполнении работы следует предварительно установить заданный режим процесса сушки, для чего включить в работу вентилятор 4 и при помощи регулировочной диафрагмы 5 обеспечить необходимый расход воздуха. Для определения величины расхода служит калибровочный график мерной диафрагмы 9. Включить электронагреватель 6 и при помощи регулятора 8 установить заданный температурный режим работы сушилки.

Выключение после окончания работы производится в обратном порядке: сначала нагреватель, а затем вентилятор.

После установления режима работы сушилки приступают к эксперименту, методика проведения которого изложена выше.

Исследование процесса сушки в терморadiационной сушилке

Сушка влажных материалов при подводе теплоты к поверхности испарения в виде потока лучистой энергии называется радиационной или сушкой инфракрасными лучами. Генераторами излучения могут являться обычные лампы накаливания, как правило, снабженные рефлекторами. Промышленностью выпускаются также специальные лампы инфракрасного излучения. Применяются электрические элементы сопротивления, беспламенные керамические горелки, а также трубчатые или плоские излучатели, обогреваемые высокотемпературными теплоносителями или дымовыми газами. Основным достоинством данного вида сушки является возможность создания высоких удельных тепловых потоков (до 26 кДж/м^2 по сравнению с 7 кДж/м^2 для конвективной сушки). Величина теплового потока легко регулируется путем изменения напряжения на лампах, изменением расстояния от поверхности испарения до источника излучения, введением прерывистого излучения. Применение радиационной сушки исключает возможность загрязнения высушиваемого продукта.

Основной особенностью радиационной сушки является возникновение больших температурных градиентов по толщине высушиваемого материала, что сказывается на механизме удаления влаги и, соответственно, на скорости процесса. Поток лучистой энергии, подводимой к поверхности образца, поглощается ею. Причем возможность проникновения инфракрасных лучей в глубь материала (проницаемость) возрастает с уменьшением длины волны. Глубина проникновения лучистого потока определяется размерами и формой пор и капилляров и колеблется от 0,1 до 2 мм. От поверхностного слоя

теплота отводится внутрь материала путем теплопроводности, величина которой для диэлектриков мала, поэтому имеют место высокие градиенты температуры.

Возникающий температурный градиент оказывает существенное влияние на перемещение влаги внутри образца. Экспериментально установлено, что под его действием наблюдается перемещение воды по направлению теплового потока, т.е. в сторону уменьшения температуры. Для уменьшения градиента температуры часто применяют облучение материала (2 – 4 с), чередующееся с длительными перерывами (20 – 30 с), в течение которых происходит выравнивание температур по толщине образца.

Количество поглощенного материалом тепла определяется также состоянием его поверхности, степени черноты, пористостью, шероховатостью и т.д.

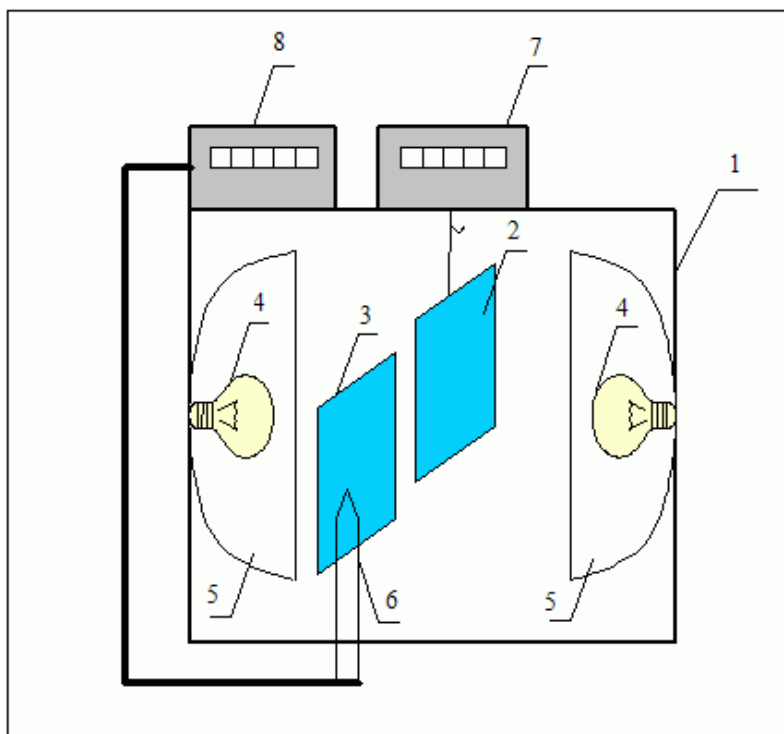


Рис. 5.7. Схема радиационной сушилки: 1 – корпус; 2, 3 – исследуемые образцы; 5 – рефлекторы; 6 – термопара; 7 – электронные весы; 8 – измеритель температуры

Сушилка (рис. 5.7) состоит из корпуса 1, внутри которого размещены рефлекторы 5, в которых крепятся лампы накаливания 4. Высушиваемый образец подвешивается к весам 7. Аналогичный образец крепится к термопаре 6. В ходе эксперимента через определенные промежутки времени фиксируются вес и температура образцов высушиваемого материала.

Контрольные вопросы

1. Абсолютная и относительная влажность материала. Их экспериментальное определение, формулы взаимосвязи.
2. Скорость сушки и интенсивность испарения влаги.
3. Факторы, влияющие на интенсивность испарения свободной влаги.
4. Формы связи влаги с материалом, их влияние на выбор метода и параметров сушки.
5. Движущая сила процесса сушки, способы её выражения.
6. Кривые сушки, скорости сушки и температурные кривые. Методы их построения и анализ.
7. Равновесная влажность: факторы, влияющие на её величину.
8. Особенности процесса сушки в конвективных, вакуумных и терморadiационных сушилках.

РАБОТА № 6. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ В КРИСТАЛЛИЗАТОРЕ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ДЕЙСТВИЯ

Цель работы: составление материального и теплового балансов процесса кристаллизации, определение коэффициента теплопередачи от раствора к охлаждающей воде.

Теоретические основы

Кристаллизацией называется процесс выделения твердого вещества из раствора или твердой фазы при затвердевании веществ, находящихся в жидком состоянии (из расплава).

Кристаллизация широко применяется в химической технологии с целью получения твердых веществ в чистом состоянии. Для осуществления процесса кристаллизации чаще всего пользуются свойством веществ уменьшать свою растворимость с понижением температуры раствора (метод охлаждения) или удалением части растворителя (метод испарения). Зная зависимость растворимости веществ от температуры, можно умело управлять процессом кристаллизации.

Примечание: растворимость и концентрацию растворов выражают в весовых процентах растворенного вещества по отношению к общему весу раствора или в граммах растворенного вещества на 100 г растворителя.

Охлаждая раствор или удаляя из раствора часть растворителя путем испарения, достигают пересыщенного состояния раствора, что приводит к нарушению фазового равновесия и выделению части вещества в форме твердых кристаллов.

Оставшийся после кристаллизации раствор носит название маточного раствора. Он насыщен по отношению к растворенному в нем веществу.

На процесс кристаллизации веществ из водных растворов большое влияние оказывает явление гидратации. Сущность гидратации состоит в том, что вещество, выделяясь из раствора в форме кристаллогидрата, присоединяет к своей молекуле одну или несколько молекул воды. Так,

например, существуют кристаллогидраты: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$; $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и т.д.

Число кристаллизационных молекул воды, форма кристалла и кристаллическая структура могут меняться и зависят от температуры раствора, при которой протекает процесс кристаллизации.

При кристаллизации имеет существенное значение форма и размер образующихся кристаллов, поскольку дальнейшая операция фильтрования – отделение кристаллов от маточника зависит от этих параметров кристалла.

Для эффективности процесса фильтрации желательно получить сравнительно крупные кристаллические осадки. Это облегчает процесс фильтрации.

Медленное охлаждение и слабое перемешивание раствора способствуют образованию более крупных кристаллов.

Процесс кристаллизации протекает с тепловым эффектом и чаще всего с выделением тепла, которое рассчитывают в джоулях на кмоль вещества. Эта величина носит название молярной теплоты кристаллизации ($q_{\text{кр}}$).

В производственных условиях кристаллизация осуществляется периодическим или непрерывным способами. Периодический способ кристаллизации применяется только при малых производительностях завода или цеха. Он требует значительной затраты ручного труда. В промышленности нашли широкое применение кристаллизаторы непрерывного действия, обеспечивающие высокую производительность и однородность получаемого продукта. Например, барабанные вращающиеся, шнековые и качающиеся кристаллизаторы.

В работе на основании результатов экспериментального исследования необходимо составить материальный и тепловой балансы процесса кристаллизации, из уравнения теплопередачи рассчитать коэффициент теплопередачи от раствора к охлаждающей воде.

Описание установки и методика проведения эксперимента

Процесс кристаллизации осуществляется в аппарате периодического действия методом охлаждения раствора. Лабораторный кристаллизатор представляет собой цилиндр с плоским днищем, съемной крышкой и рамной мешалкой.

Корпус кристаллизатора снабжен охлаждающей рубашкой. Наблюдение за изменением температуры охлаждающей воды и раствора в кристаллизаторе производится с помощью термометров, установленных на входном и выходном штуцерах охлаждающей рубашки и в крышке кристаллизатора.

Мешалка приводится в действие от индивидуального мотора. Полезный объем кристаллизатора 1230 мл. Масса кристаллизатора 2520 г.

Методика проведения эксперимента заключается в следующем. Преподавателем задается температура исходного и охлажденного раствора. Рассчитывается навеска соли

$$m_c = \bar{x}_n V_n \rho_n, \quad (6.1)$$

где x_n , ρ_n – концентрация и плотность исходного насыщенного раствора мас. доли, кг/м^3 определяются по таблице растворимости; $V_n = 10^{-6} \text{ м}^3$ – объем исходного раствора.

Определяется масса (кг)

$$m_p = V_n \rho_n - m_c \quad (6.2)$$

и объем (м^3) растворителя (воды)

$$V_p = \frac{m_p}{\rho_p}. \quad (6.3)$$

Приготовленный исходный раствор соли заливают в кристаллизатор, закрывают его крышкой, включают мешалку, в рубашке устанавливают расход охлаждающей воды. С этого момента времени измеряют температуры воды и раствора по термометрам, установленным на штуцерах рубашки и в крышке кристаллизатора. Запись ведется через каждые 2-3 минуты. Процесс

кристаллизации продолжается до тех пор, пока температура раствора не достигнет заданной (продолжительность опыта от 25 до 50 мин).

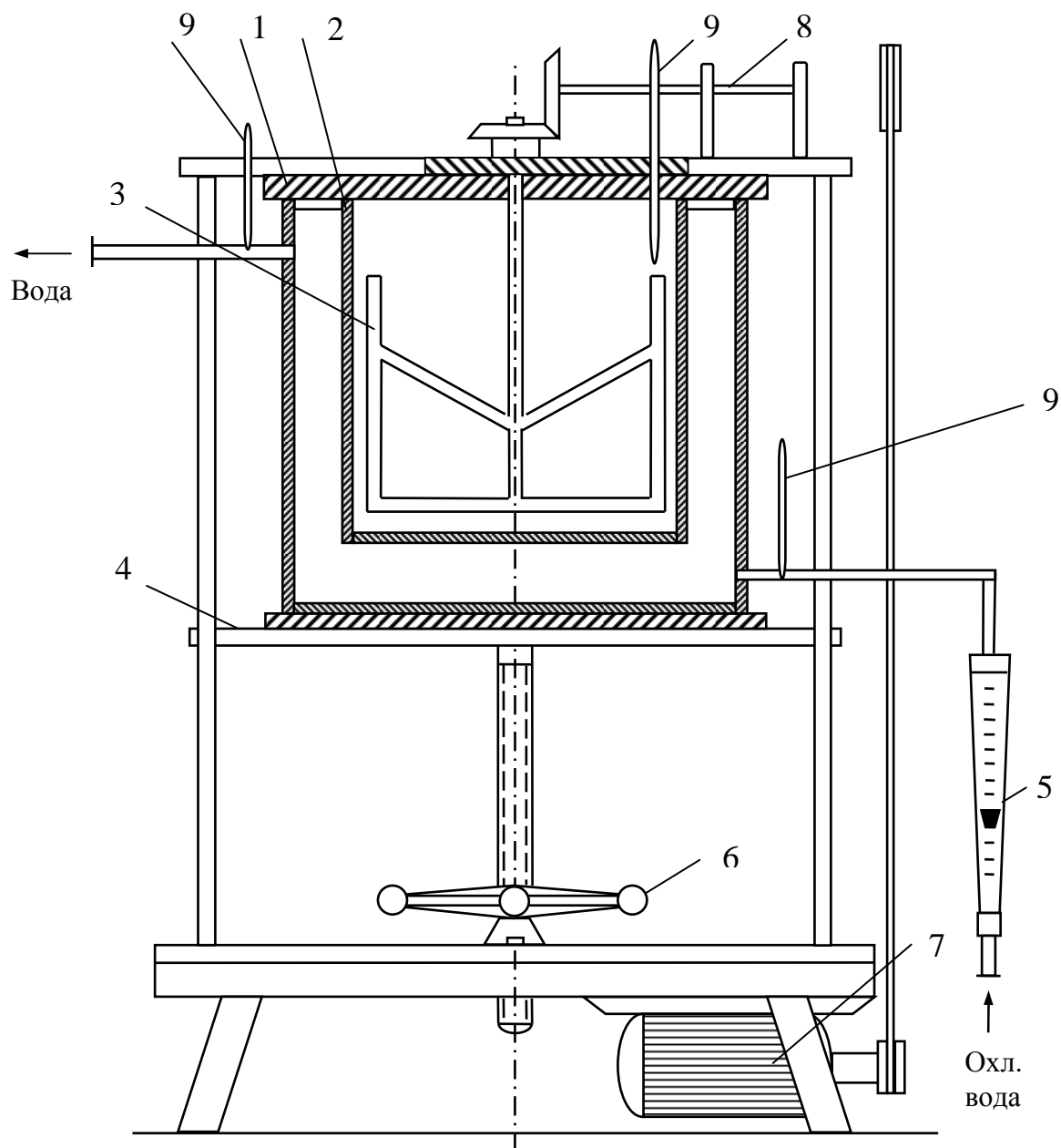


Рис. 6.1. Схема лабораторной установки: 1 – крышка с неподвижной поперечиной; 2 – кристаллизатор; 3 – мешалка рамная; 4 – поперечина подвижная; 5 – ротаметр; 6 – маховик; 7 – электродвигатель; 8 – привод мешалки; 9 – термометр

По окончании опыта раствор с выпавшими кристаллами немедленно разгружают через край кристаллизатора в большой стакан. Далее необходимо возможно быстрее отделить кристаллы от маточника. С этой целью полученную в процессе кристаллизации массу переносят на вакуумную воронку и отделяют маточник от выпавших кристаллов под вакуумом (воронка с конической колбой должна быть заранее приготовлена). Одновременно переносят на воронку кристаллы, собранные со стенок кристаллизатора. Отфильтрованный маточный раствор сливается в сосуд и взвешивается на технических весах ($G_{м.р}$). Взвешиванием определяют и вес влажных кристаллов ($G_{кр}$). Полученные экспериментальные данные вносят в таблицу.

Таблица

Значения экспериментальных данных

Время τ , с	Температура раствора t_p , °С	Температура охлаждающей воды в рубашке		Масса влажных кристаллов $G_{кр}$, кг	Масса маточного раствора $G_{м.р}$, кг
		на входе $t_{2н}$, °С	на выходе $t_{2к}$, °С		

Обработка результатов эксперимента

1. Составляют материальный баланс.

Баланс по общему количеству вещества:

$$G_c + G_p = G_{кр} + G_{м.р}, \quad (6.4)$$

где G_c и G_p – масса растворенной соли и растворителя соответственно, кг.

Баланс по растворенному веществу:

$$G_1 V_1 = G_2 V_2 + G_{кр} V_{кр}, \quad (6.5)$$

где V_1 и V_2 – концентрация исходного и маточного растворов в весовых долях; $V_{кр}$ – концентрация сухого вещества в выпавших кристаллах, которую

определяют как отношение молекулярного веса растворенного безводного вещества к молекулярному весу кристаллогидрата $B_{кр} = \frac{M}{M_{кр}}$.

Массу маточного раствора G_2 находят как сумму отфильтрованного раствора и содержащегося в кристаллах ($0,1G_{кр}^{об}$)

$$G_2 = G_{м.р} + 0,1G_{кр}^{об}. \quad (6.6)$$

Выход кристаллогидратов можно рассчитать по следующей формуле:

$$G_{кр} = \frac{G_1(B_1 - B_2)}{B_{кр} - B_2}. \quad (6.7)$$

В случае выделения кристаллов в безводной форме количество выкристаллизованного вещества рассчитывают по формуле:

$$G_{кр} = G_1B_1 - G_2B_2. \quad (6.8)$$

2. Тепловой баланс процесса кристаллизации запишется:

$$Q_1 + Q_{кр} = Q_2 + Q_3 + Q_4 + Q_5 + Q_6. \quad (6.9)$$

Приходные статьи:

- 1) тепло, вносимое с нагретым раствором, Q_1 ;
- 2) тепло кристаллизации, $Q_{кр}$.

Расходные статьи:

- 1) тепло, уходящее с маточным раствором, Q_2 ;
- 2) тепло, уходящее с кристаллами, Q_3 ;
- 3) тепло, отнимаемое от раствора охлаждающей водой, Q_4 ;
- 4) тепло, идущее на нагревание аппарата, Q_5 ;
- 5) тепло, теряемое в окружающую среду, Q_6 .

Теплота, вносимая с нагретым раствором, определяется следующим образом:

$$Q_1 = G_1c_1t_{1н}, \quad (6.10)$$

где G_1 – масса раствора, кг; c_1 – теплоемкость раствора, Дж/(кг·К); $t_{1н}$ – температура нагретого раствора, поступающего в кристаллизатор.

Теплоемкость раствора можно с известным приближением определить по правилу аддитивности:

$$c_1 = c_c B_1 + c_p (1 - B_1), \quad (6.11)$$

где c_c – теплоемкость сухого растворенного вещества (справочная величина);
 c_p – теплоемкость растворителя, Дж/(кг·К).

Теплота кристаллизации рассчитывается по молекулярной теплоте кристаллизации или растворения соли, исходя из литературных данных:

$$Q_{кр} = q_{кр} \frac{G_{кр}}{M_{кр}}, \quad (6.12)$$

где $q_{кр}$ – молекулярная теплота кристаллизации соли, равная молекулярной теплоте растворения соли, взятой с обратным знаком, Дж/(кг·моль).

В случае, если в справочной литературе нет экспериментальных данных о теплоте кристаллизации или растворения исследуемого кристаллогидрата, то ее можно рассчитать по закону Гесса, согласно которому теплота кристаллизации равна сумме теплот образования исходных продуктов, т.е.:

$$q_{кр} = q_c - q_a - q_b, \quad (6.13)$$

где q_c – теплота образования твердого кристаллогидрата, Дж/(кг·моль); q_a – теплота образования исходной соли в растворе, Дж/(кг·моль); q_b – теплота образования n – молекул воды в кристаллогидрате, Дж/(кг·моль).

$$Q_2 = G_2 c_2 t_{1к}, \quad (6.14)$$

где G_2 – масса маточника, кг; $t_{1к}$ – конечная температура раствора (маточника) в момент окончания опыта; c_2 – теплоемкость маточного раствора, определяемая также по правилу аддитивности, Дж/(кг·К)

$$c_2 = c_c B_2 + c_p (1 - B_2). \quad (6.15)$$

$$Q_3 = G_{кр} c_{кр} t_{1кр}, \quad (6.16)$$

$G_{кр}$ – масса полученных сухих кристаллов, кг; $c_{кр}$ – теплоемкость кристаллов (справочная величина), Дж/(кг·К); $t_{1кр}$ – конечная температура кристаллов, равная температуре маточного раствора.

$$Q_4 = G_b c_b (t_{2к}^{cp} - t_{2н}), \quad (6.17)$$

G_b – количество охлаждающей воды, израсходованной за время опыта, кг; c_b – теплоемкость воды, Дж/(кг·К); $t_{2н}$ – температура поступающей холодной

воды; $t_{2к}^{cp}$ – температура нагретой воды, вытекающей из кристаллизатора, берется средней из показаний термометра.

$$Q_5 = G_a c_a (t_{ак} - t_{ан}), \quad (6.18)$$

G_a – масса аппарата с мешалкой; c_a – теплоемкость материала кристаллизатора; $t_{ан}$ – начальная температура аппарата в момент установившегося теплового равновесия кристаллизатора, принимается равной температуре поступающей холодной воды; $t_{ак}$ – температура аппарата в конце

опыта, рассчитывается как среднее значение: $t_{ак} = \frac{t_{1к} + \frac{t_{2н} + t_{2к}}{2}}{2}$, где $t_{2к}$ – температура вытекающей из кристаллизатора нагретой воды в момент окончания опыта.

В нашем случае кристаллизатор имеет водяную рубашку, поэтому потерями тепла наружными стенками аппарата можно пренебречь ($Q_6=0$.) Поскольку кристаллизатор закрыт крышкой, не учитываем также и тепловые потери на испарение раствора.

3. Расчет коэффициента теплопередачи.

Коэффициент теплопередачи рассчитывается по формуле:

$$K = \frac{Q_4}{F \Delta t_{cp} \tau}, \quad (6.19)$$

где Q_4 – количество тепла, переданное от раствора к охлаждающей воде; τ – время процесса кристаллизации, с; F – поверхность кристаллизатора, рассчитывается по размерам кристаллизатора; Δt_{cp} – средняя разность температур между охлаждаемым раствором и водой, определяется по формуле нестационарного режима:

$$\Delta t_{cp} = \frac{t_{1н} - t_{1к}}{2,3 \lg \frac{t_{1н} - t_{2н}}{t_{1к} - t_{2н}}} = \frac{A - 1}{2,3 A \lg A}, \quad (6.20)$$

где $A = \frac{t_{1к} - t_{2н}}{t_{1к} - t_{2к}}$.

4. Делают выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Что понимается под кристаллизацией?
2. Для каких целей применяется кристаллизация?
3. В чем состоят достоинства и недостатки кристаллизации?
4. Понятия ненасыщенного, насыщенного, пересыщенного и маточного растворов, пересыщения.
5. Движущая сила процесса кристаллизации и способы ее создания.
6. Охарактеризуйте изотермический и изогидрический методы кристаллизации. В каких случаях целесообразно применение этих методов?
7. Диаграмма равновесия и ее характеристика.
8. Кинетика кристаллизации.
9. Классификация кристаллизаторов, их устройство, принцип работы.
10. Материальный баланс процесса кристаллизации.
11. Тепловой баланс процесса кристаллизации.

РАБОТА № 7. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА АДСОРБЦИИ

Адсорбция – процесс поглощения одного или нескольких компонентов из газовой или жидкой фазы твердым пористым поглотителем (адсорбентом). Поглощаемое вещество называют адсорбтивом, а после того как оно перешло в адсорбированное состояние – адсорбатом.

Адсорбцию применяют в промышленности при очистке и осушке газов, очистке и осветлении растворов, а также разделении смесей газов и паров. Например, адсорбцию широко используют при извлечении летучих растворителей из смеси с воздухом, для очистки аммиака перед контактным аппаратом, осушке природного газа, выделении ароматических углеводородов из коксового газа, в производстве пластмасс, синтетического каучука, в нефтехимии и т.д.

Процесс адсорбции обратим. Десорбция – удаление адсорбированных веществ из адсорбента для его повторного использования.

Адсорбенты – твердые вещества с сильно развитой внутренней поверхностью, включающей поры различного размера. Различают микропоры, переходные поры и макропоры. Микропоры имеют размеры, соизмеримые с размером молекул поглощаемого компонента. Эффективные размеры микропор $5 \cdot 10^{-10} \div 1,5 \cdot 10^{-9}$ м. Переходные поры $r = 1,5 \cdot 10^{-9} \div 2 \cdot 10^{-7}$ м. Макропоры – с радиусом более $2 \cdot 10^{-7}$ м. Они являются транспортными каналами в зернах адсорбента.

В промышленности в качестве адсорбентов применяют силикагели, алюмогели и алюмосиликатные катализаторы, цеолиты, активные угли.

Адсорбенты характеризуются поглотительной или адсорбционной способностью, а также селективностью. Селективность – избирательность поглощения компонентов. Способность адсорбента поглощать вещество называют активностью.

Статическая активность (или равновесная) a^* – это количество адсорбируемого вещества, которое поглощается к моменту достижения

равновесия единиц массы или объема адсорбента при данной температуре и концентрации адсорбтива в газе-носителе (в неподвижных условиях).

Динамическая активность a_d – это количество адсорбируемого вещества, поглощенного единицей массы или объема адсорбента при пропускании через него газа или жидкости, до начала проскока.

Момент проскока – это момент обнаружения поглощаемого вещества в выходящем из адсорбера потоке газа.

Активность адсорбента зависит от температуры и концентрации в нем поглощаемого вещества. Динамическая активность всегда меньше статической ($a_d < a^*$).

Равновесие при адсорбции характеризуется зависимостями количества вещества, поглощенного единицей массы или объема данного адсорбента, от температуры и концентрации поглощаемого вещества в парогазовой среде (растворе):

$$\bar{X}^* = f(\bar{Y}, T). \quad (7.1)$$

Здесь \bar{X}^* - относительная массовая доля поглощаемого компонента в адсорбенте, равновесная с концентрацией адсорбтива в газовой (жидкой) фазе, кг адсорбтива/кг адсорбента; \bar{Y} - относительная массовая доля адсорбтива в фазе, из которой поглощается вещество.

Содержание адсорбтива может быть выражено его парциальным давлением P в парогазовой смеси:

$$\bar{X}^* = f_1(P). \quad (7.2)$$

Зависимости $\bar{X}^* = f(\bar{Y}, T)$ и $\bar{X}^* = f_1(P)$ представляют в общем виде линии равновесия при адсорбции или изотермы адсорбции (рис. 7.1). Конкретная форма этой зависимости определяется свойствами и механизмом взаимодействия адсорбента и поглощаемого вещества.

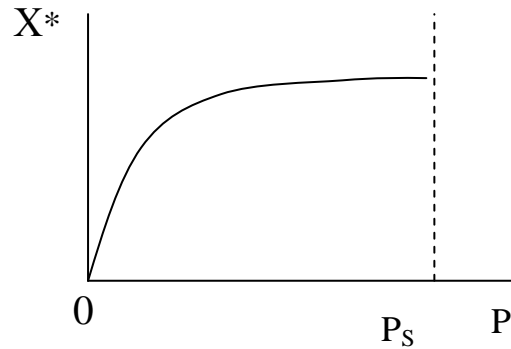


Рис. 7.1. Изотерма адсорбции

Длительность работы слоя адсорбента в стадии параллельного движения фронта сорбции рассчитывается по уравнению Н.А. Шилова:

$$\tau = KL - \tau_0, \quad (7.3)$$

где τ – время защитного действия слоя, с; K – коэффициент защитного действия, с/м, показывающий время защитного действия слоя длиной 1 м; L – высота слоя, м; τ_0 – потеря времени защитного действия (кинетическая константа, пропорциональная скорости массообмена, при бесконечно большой скорости становится равной нулю).

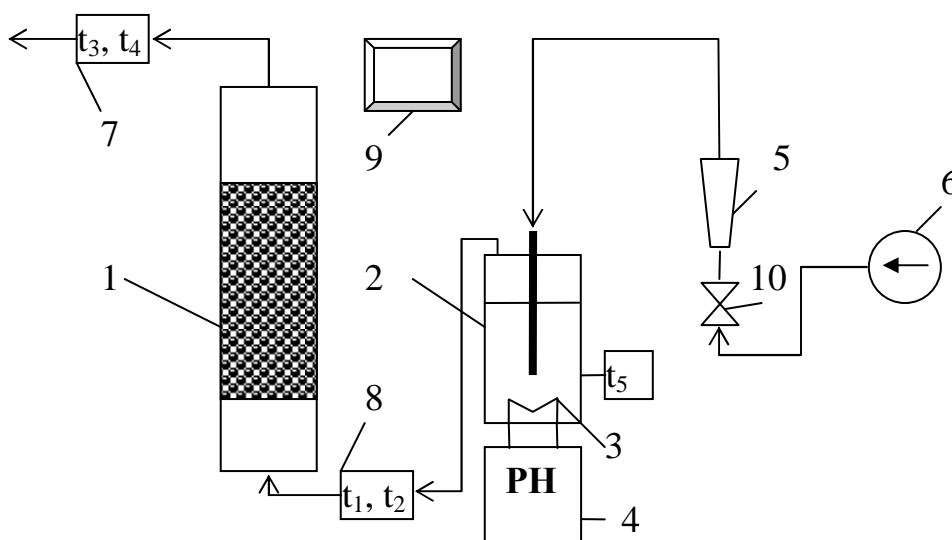


Рис. 7.2. Схема лабораторной установки: 1 – адсорбционная колонка; 2 – увлажнитель воздуха; 3 – электронагреватель; 4 – регулятор напряжения; 5 – ротаметр; 6 – компрессор; 7, 8 – психрометры; 9 – измеритель температуры; 10 - вентиль

Цель работы: ознакомление с работой адсорбционной установки периодического действия; определение коэффициентов массопередачи и защитного действия; динамической емкости адсорбента.

Описание лабораторной установки

Схема установки представлена на рис. 7.2. Лабораторная модель адсорбера периодического действия 1 заполняется навеской адсорбента. Воздух поступает в установку из компрессора 6. Расход воздуха регулируется вентилем 10 и контролируется с помощью ротаметра 5. Для контроля за влажностью воздуха до и после адсорбционной колонки установлены парные сухие и мокрые термодпары 7, 8, подсоединенные к цифровому измерителю температуры 9. Насыщение воздуха водяными парами осуществляется путем барботирования его через слой воды в увлажнителе 2. Далее воздух поступает в колонку 1, заполненную адсорбентом, который поглощает из воздуха водяные пары. Влажность воздуха после адсорбера измеряется психрометром 7. Осушенный воздух выбрасывается в атмосферу.

Порядок выполнения работы

1. Подготовка адсорбента заключается в регенерации путем выдерживания в сушильном шкафу при температуре 100-110 °С в течение 60-120 минут. Регенерированный адсорбент охлаждают в эксикаторе, берут навеску в количестве, заданном преподавателем с точностью до 0,1 г, и загружают в адсорбционную колонку.

2. Проведение опыта. В задании на проведение эксперимента указывается количество адсорбента и расход воздуха.

3. Проверить наличие достаточного уровня воды в увлажнителе 2 и включить электронагреватель 3.

4. Наблюдая за показаниями измерителя температуры 9 дождаться нагрева воды в увлажнителе до требуемой температуры (термодпара t_5).

5. Включить компрессор 6 и вентилем 10 установить по ротаметру 5 заданный расход воздуха. С этого момента начинать отсчет времени опыта.

6. Записывать показания психрометров на входе и выходе адсорбционной колонки через интервалы времени, указанные преподавателем.

7. Опыт проводить до тех пор, пока показания психрометра 8 на выходе из колонки и психрометра 7 на входе не будут одинаковыми.

8. Окончив опыт, выключить нагреватель, затем компрессор.

9. Опытные данные свести в табл. 7.1. Записать высоту слоя адсорбента L , диаметр колонки D и расход воздуха по калибровочному графику ротаметра.

Таблица 7.1

Экспериментальные данные

τ с	До колонки			После колонки			Расход воздуха
	t_1 °C	t_2 °C	ϕ_0	t_3 °C	t_4 °C	ϕ_1	V м ³ /с
1	2	3	4	5	6	7	8

Обработка опытных данных

1. Рассчитываем парциальное давление водяного пара P_m , P_c в воздухе при температуре мокрого t_m и сухого термометров t_c , мм рт. ст:

$$P = \exp\left(18,76 - \frac{4081,18}{236,77 + t}\right). \quad (7.4)$$

2. Находим относительную влажность воздуха:

$$\phi = \frac{P_m - 0,494(t_c - t_m)}{P_c}. \quad (7.5)$$

3. Определяем влагосодержание воздуха на входе и выходе адсорбционной колонны для каждого момента времени:

$$x = 0,622 \frac{\phi P_c}{735 - \phi P_c}. \quad (7.6)$$

4. Строим выходную кривую адсорбции (рис. 7.3) – изменение концентрации

поглощаемого вещества во времени за слоем адсорбента $x = f(\tau)$.

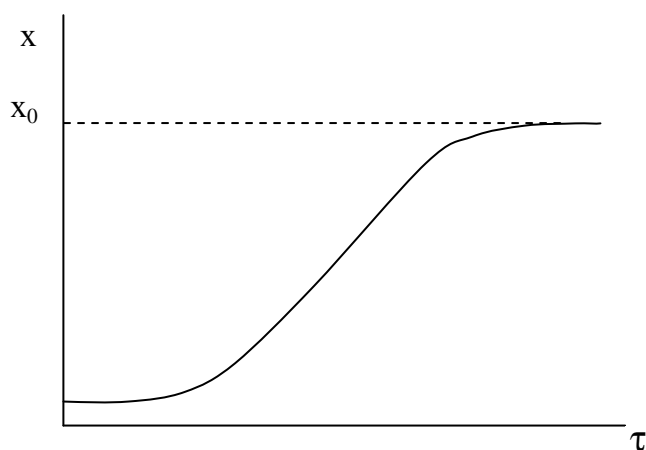


Рис. 7.3. Выходная кривая сорбции

Для обработки экспериментальных данных используется уравнение динамики сорбции:

$$\tau = KL - \frac{K\omega}{K_V} \left(\ln \frac{x_0}{x} - 1 \right). \quad (7.7)$$

В этом уравнении τ - время защитного действия слоя, с; K – коэффициент защитного действия, с/м, показывающий время защитного действия слоя длиной 1 м; L – высота слоя, м; ω - объёмная скорость потока, отнесенная к полному сечению аппарата, $\text{м}^3/\text{м}^2\text{с}$; K_V – объёмный коэффициент массопередачи, с^{-1} ; x_0, x - влагосодержания воздуха, соответственно, на входе и выходе адсорбционной колонки.

Объёмная скорость парогазовой смеси определяется из уравнения расхода:

$$\omega = V/S, \quad (7.8)$$

где S – площадь поперечного сечения аппарата, $S = 0,785D^2, \text{м}^2$.

Рассчитанные данные сводим в табл. 7.2.

Таблица 7.2

Расчетные данные

№ п/п	τ с	x_0 кг вл./кг а.с.в.	x кг вл./кг а.с.в.	$\ln \frac{x_0}{x} - 1$

5. Строим график в координатах $\left(\ln \frac{x_0}{x} - 1\right) = f_1(\tau)$ (рис. 7.4).

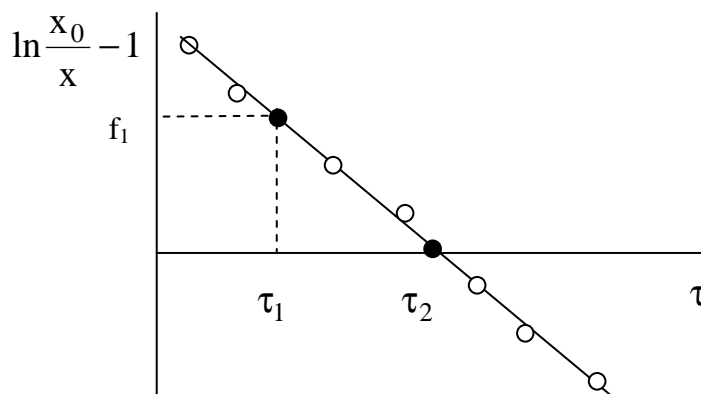


Рис. 7.4. Линейризованная кривая сорбции

6. Вычисляем коэффициент защитного действия по отрезку, отсекаемому прямой на оси абсцисс:

$$K = \tau_2 / L. \quad (7.9)$$

7. Рассчитываем коэффициент массопередачи, используя координаты f_1 , τ_1 произвольной точки, принадлежащей проведенной по экспериментальным данным прямой линии:

$$K_v = \frac{K \omega f_1}{KL - \tau_1}. \quad (7.10)$$

Контрольные вопросы

1. Механизм процесса адсорбции.
2. Равновесие при адсорбции. Изотермы адсорбции.
3. Требования к адсорбентам. Промышленные адсорбенты.
4. Тепловой эффект при адсорбции.
5. Уравнение Шилова, время защитного действия, потеря времени защитного действия, понятие «проскока».
6. Конструкции адсорберов.

РАБОТА № 8. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОБРАТНОГО ОСМОСА

Цель работы: ознакомление с физическими основами процесса обратного осмоса и принципом работы установки, приобретение навыка составления материальных балансов процессов разделения, определение площади поверхности мембраны.

Теоретические основы процесса обратного осмоса

Под мембранными процессами понимают процессы разделения газовых и жидких смесей посредством использования полупроницаемых мембран. Такие процессы интенсивно используются в различных сферах деятельности человека:

- в химической и нефтехимической промышленности для разделения высокомолекулярных смесей от низкомолекулярных, очистки промышленных выбросов соответствующих производств от вредных примесей;
- пищевой промышленности для получения высококачественного сахара, концентрирования фруктовых и овощных соков;
- микробиологии и медицине для очистки биологически активных веществ и лекарственных препаратов, ферментов, очистки крови. Мембраны используются в аппаратах “искусственная почка”, “искусственная печень”.

Такое широкое использование мембранной техники обусловлено преимуществами мембранной технологии:

- высокая селективность (избирательность) процесса;
- несложное аппаратное оформление процесса (чаще всего в виде различных фильтрующих элементов, работающих под давлением или вакуумом);
- возможность осуществления процесса при обычных температурах.

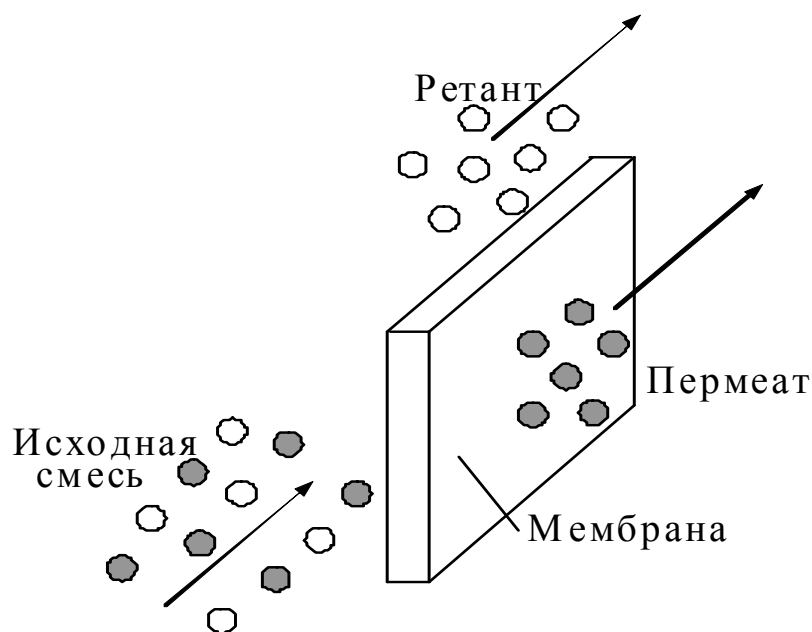


Рис.8.1. Принципиальная схема мембранного процесса

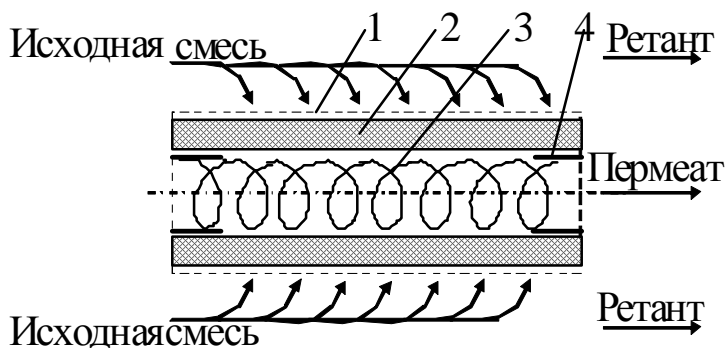
Физическая сущность мембранного процесса разделения заключается в том, что если вдоль одной стороны мембраны пропускать исходную смесь, то вследствие селективности мембраны (способности пропускать преимущественно один из компонентов исходной смеси), по обе ее стороны образуются потоки обогащенного и обедненного раствора. Вещество, прошедшее через мембрану, называют пермеатом (фильтратом), оставшаяся часть смеси – ретантом (концентратом).

Таким образом, под мембранной понимают некоторую область, разграничивающую две фазы. Такое определение подразумевает, что мембраны бывают твердыми, жидкими и газообразными. По структуре их классифицируют следующим образом:

- пористые мембраны (порошки, микропористая керамика, пористые полимерные структуры);
- непористые мембраны (металлические пленки, стекло);
- композитные мембраны.

Такое разделение мембран на группы связано с технологией формирования их капиллярной структуры:

- металлические мембраны получают выщелачиванием или возгонкой одного из компонентов сплава. Они обладают жесткой однородной структурой и размером пор, химически стойки в различных средах;
- керамические мембраны – композитные мембраны, обычно двухслойные. Первый слой – подложка (пористый носитель толщиной 100÷200 мкм), второй – микропористый мембранообразующий слой (селективный, толщиной 0,25÷0,5 мкм), полученный осаждением оксидов металлов на подложке с последующей термообработкой. Обладают жесткой структурой, химической стойкостью и термостойкостью;
- полимерные мембраны (уплотняющиеся) с анизотропной и изотропной структурой. Изотропные (ядерные) мембраны получают облучением поверхностного слоя α -частицами и протонами с последующим химическим травлением, анизотропные – путем испарения растворителя и порообразующих компонентов с поверхности полимера;
- мембраны из стекла формируют путем кислотной обработки боросиликатного стекла. Обладают жесткой структурой и химической стойкостью;
- жидкие мембраны: с подложкой получают путем введения в раствор эфира, который образует дополнительный мембранный слой на подложке; жидкие мембраны без подложки получают путем диспергирования ПАВ с исходным раствором в среде растворителя.



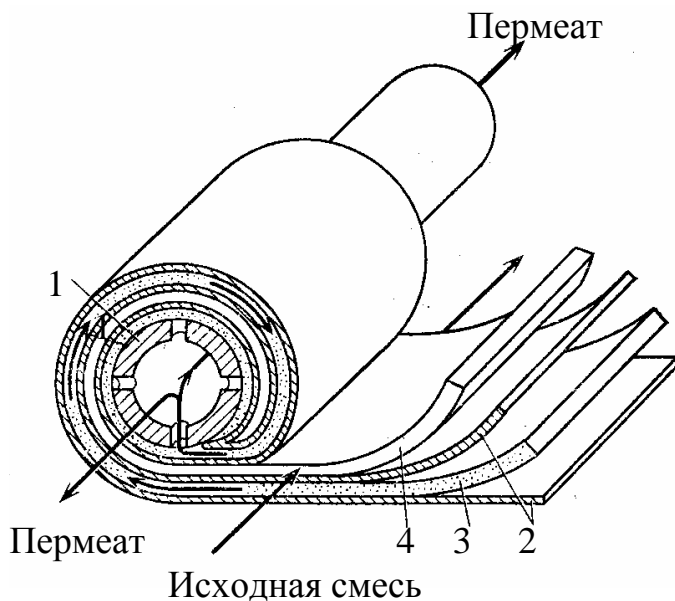
По форме мембранных элементов различают: листовые, трубчатые, рулонные и мембраны в виде полого волокна.

Рис. 8.2. Листовая мембрана: 1- микропористый слой; 2 – подложка; 3 – дренажная сетка; 4 – опорные кольца

Листовая мембрана (рис.8.2) представляет собой двухслойный элемент с микропористым слоем 1 и крупнопористой подложкой 2. Внутри элемента

находится дренажный слой 3 (дренажная сетка) для отвода фильтрата. При работе с высокими давлениями в мембрану устанавливают опорные кольца 4 для предотвращения вжатия подложки в дренаж и закупорки элемента. Принцип работы элемента заключается в следующем: исходный раствор движется вдоль наружной поверхности элемента, фильтруется через микропористый слой, образуя фазу пермеата и ретанта.

Рулонный (спиральный) мембранный элемент (рис.8.3) состоит из



фильтроотводящей трубки 1, имеющей прорези для прохода пермеата, и герметично присоединенного к ней пакета из двух мембран 2, расположенного между ними дренажного листа 3 и сетки-сепаратора 4, образующей мембранные каналы. В процессе скручивания пакета для герметичного разделения

Рис. 8.3. Рулонный элемент: 1 – фильтроотводящая трубка; 2 – мембрана; 3 – дренажный лист; 4 – сепаратор

напорной полости и полости сбора пермеата кромки дренажного листа пропитывают специальным клеем. Исходная смесь течет в межмембранном канале с сеткой-сепаратором 4 вдоль оси навивки и выходит с противоположного конца в виде ретанта. Проникший через мембраны пермеат движется по спиральному дренажному пористому слою к центральной оси и попадает в фильтроотводящую трубку, по которой и выводится из аппарата.

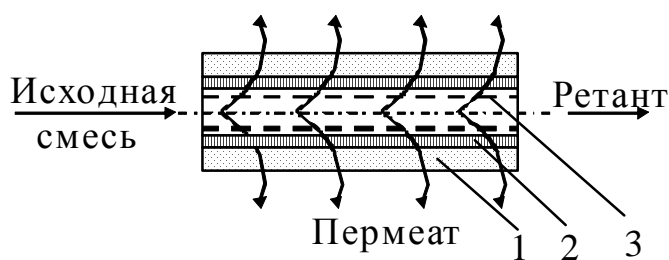


Рис. 8.4. Трубчатый элемент: 1 – пористая трубка; 2 – дренажная подложка; 3 - мембрана

Трубчатый мембранный элемент (рис.8.4) состоит из мембраны 3 и дренажного каркаса (1,2). Дренажный каркас выполняется из пористой трубки 1, которая является опорой для мембранного элемента и обеспечивает отвод пермеата. Дренажная подложка 2 исключает вдавливание мембраны 3 в дренажные каналы трубки 1. Различают трубчатые мембранные элементы с наружным и внутренним расположением микропористого слоя.

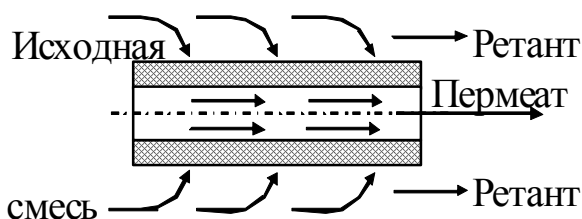


Рис. 8.5. Мембранный элемент в виде полого волокна

В мембранном элементе в виде полого волокна (рис.8.5) разделяемая смесь под давлением движется вдоль наружной поверхности полых волокон. Часть жидкой фазы проходит через стенки

волокон по их внутренним капиллярам и отводится, образуя фазу пермеата. Оставшаяся часть образует фазу ретанга. Ко всем используемым мембранам предъявляют следующие требования:

- высокая селективность $R=(C_{пов}-C_{п})/C_{пов}$; где $C_{пов}$ и $C_{п}$ – концентрация вещества у поверхности мембраны и в пермеате;
- высокая удельная производительность (проницаемость) $q=V/(S\tau)$, определяется объемом фильтрата V , прошедшего через единицу поверхности мембраны S в единицу времени τ ;
- химическая стойкость к воздействию разделяемой среды;
- высокая механическая прочность.

Механизм мембранного разделения

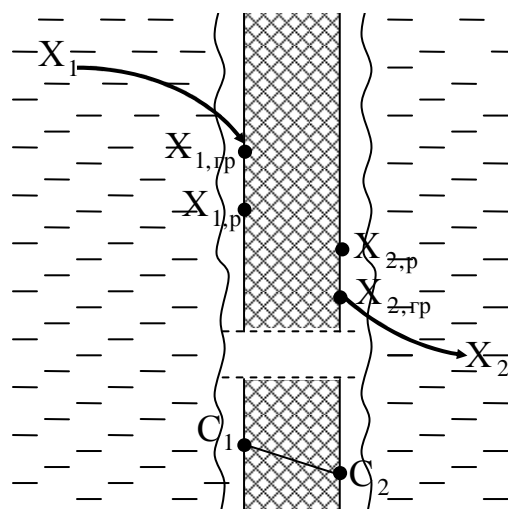


Рис. 8.6. Схема мембранного процесса

В общем случае, при использовании, например, полимерной мембраны процесс мембранного разделения может включать следующие стадии (рис.8.6):

- адсорбцию компонента веществом мембраны;
- диффузию вещества через мембрану;
- десорбцию вещества от поверхности мембраны с противоположной стороны

через пограничный слой в фазу пермеата.

Отличие данного механизма от механизма массопередачи заключается во взаимодействии компонента с веществом мембраны (профиль C_1C_2). Поэтому мембрана подбирается таким образом, чтобы она как можно меньше растворяла компонент. Однако единый механизм, справедливый для всех мембранных процессов, отсутствует. Поэтому каждый мембранный процесс разделения в настоящее время рассматривается отдельно.

Различают следующие механизмы мембранного разделения:

- осмос;
- обратный осмос;
- ультрафильтрация;
- диализ;
- электродиализ;
- испарение через мембрану;
- диффузионное разделение газов.

В данной работе используется механизм обратного осмоса, физическая сущность которого базируется на основных понятиях осмоса.

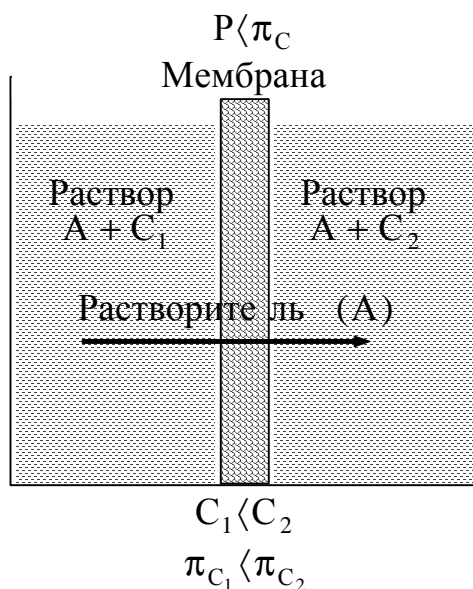


Рис. 8.7. Схема процесса разделения осмосом

Осмоз – процесс разделения раствора путем проникания через мембрану растворителя (А) из области с меньшей концентрацией растворенного вещества (C_1) в область с большей концентрацией (C_2). Движущей силой такого механизма (рис.8.7) переноса вещества является разность осмотического давления $\Delta\pi_C$. Согласно закону Вант – Гоффа в разбавленных растворах возникает осмотическое

давление, которое связано с концентрацией растворенного вещества следующим образом:

$$\pi_C = \alpha RTC, \quad (8.1)$$

где α – коэффициент, учитывающий отклонение раствора от идеального; T – температура; R – универсальная газовая постоянная; C – концентрация растворенного вещества. Отсюда следует, что если в системе, разделенной мембраной на два раствора с концентрациями C_1 и C_2 внешнее давление меньше осмотического $P < \pi_C$, то по обе стороны мембраны возникает разность осмотических давлений:

$$\Delta\pi_C = \pi_{C_2} - \pi_{C_1}, \quad (8.2)$$

которая приводит к неравновесному состоянию системы. Так как любая система стремится к равновесию, то в этом случае наблюдается перенос растворителя из области C_1 в область C_2 , приводящий в конечном итоге к выравниванию осмотических давлений:

$$\pi_{C_1} = \pi_{C_2}. \quad (8.3)$$

Обратный осмос – процесс разделения раствора путем преимущественного проникания растворителя (А) через мембрану под действием внешнего давления. Этот процесс (рис.8.8) осуществляется, когда гидростатическое давление в системе (Р) больше осмотического и растворитель под действием движущей силы

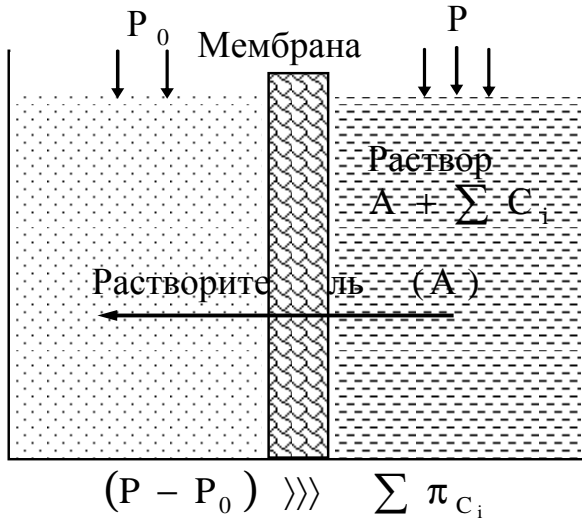


Рис. 8.8. Схема процесса обратного осмоса

$$\Delta P = [(P - P_0) - \pi_c] \quad (8.4)$$

продавливается через мембрану, преодолевая осмотическое давление. Так как направление потока растворителя при этом противоположно по сравнению с обычным осмосом, процесс называют обратным осмосом. Такой процесс широко используется для опреснения вод, содержащих несколько видов

солей.

Описание установки и методики проведения эксперимента

Схема опытной установки для изучения процесса обратного осмоса изображена на рис. 8.6.

Работу выполняют в следующей последовательности

1. Включив источник сжатого воздуха и открыв краны 8, 6, 7 выводят установку в стационарный режим, фиксируют время начала эксперимента.
2. В течение заданного преподавателем времени τ (с) проводят процесс обратного осмоса, измеряют полученные объемы ретанга v_p (м³) и пермеата v_{Π} (м³).
3. Используя погружной кондуктометрический датчик и измерительный прибор АЖК-3102, определяют массовую концентрацию соли в исходном

растворе \bar{X}_0 , ретанте \bar{X}_p , пермеате $\bar{X}_п$, затем по таблице находят плотность ретанта ρ_p и пермеата $\rho_п$ (кг/м³).

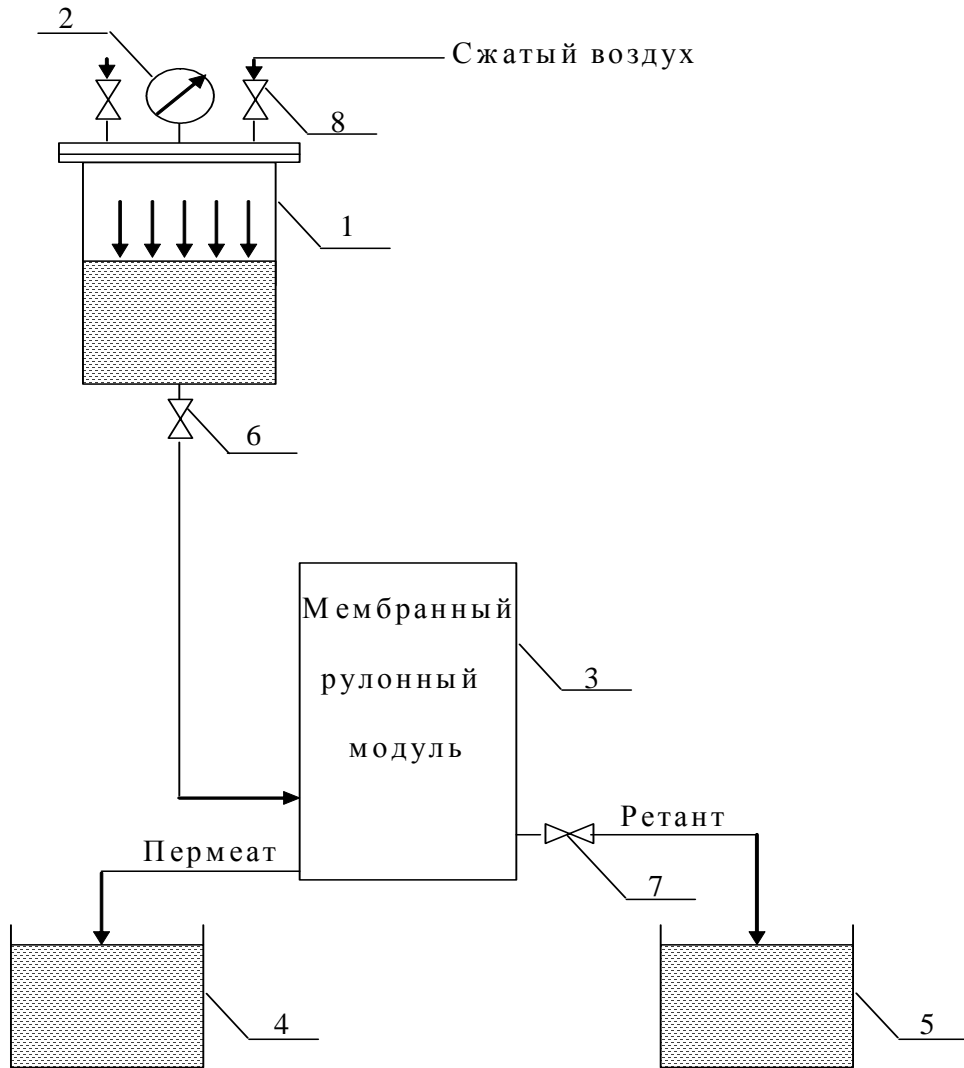


Рис. 8.6. Схема установки для изучения процесса обратного осмоса: 1 – емкость исходного раствора; 2 – манометр; 3 – мембранный рулонный модуль; 4, 5 – емкости пермеата и ретанта соответственно; 6, 7 – краны вывода установки в рабочий режим; 8 – кран подачи сжатого воздуха в емкость исходного раствора

Обработка результатов

1. Определяют селективность мембраны по выражению:

$$\eta = \frac{\bar{X}_p - \bar{X}_п}{\bar{X}_p}. \quad (8.5)$$

2. Рассчитывают массу ретанта и пермеата, кг:

$$M_p = v_p \cdot \rho_p, \quad (8.6)$$

$$M_п = v_п \cdot \rho_п. \quad (8.7)$$

3. По уравнениям (8.8) и (8.9) составляют общий и покомпонентный материальные балансы:

$$\begin{cases} M_0 = M_p + M_п, \\ M_0 \cdot \bar{X}_0 = M_p \cdot \bar{X}_p + M_п \cdot \bar{X}_п, \end{cases} \quad (8.8)$$

$$(8.9)$$

где M_0 – количество исходного раствора, поступившего на очистку, кг.

4. Рассчитывают движущую силу обратного осмоса:

$$\Delta\pi_{o,o} = \Delta\pi - (\pi_{cp} - \pi_п), \quad (8.10)$$

где $\Delta\pi$ – перепад рабочего давления на мембране (показание манометра, задается преподавателем), Па; $\pi_{cp} = (\pi_0 + \pi_p) / 2$ – среднее осмотическое давление на внешней поверхности мембраны, Па; $\pi_0, \pi_p, \pi_п$ – осмотическое давление исходного раствора, ретанта и пермеата соответственно (определяется по табл. 2 приложения в зависимости от концентрации соли), Па.

5. Рассчитывают производительность установки по пермеату $G_п$ при условии положительного значения движущей силы ($\Delta\pi_{o,o} > 0$), кг/(м²·с):

$$G_п = G_v \left[1 - \frac{(\pi_{cp} - \pi_п)}{\Delta\pi_{o,o}} \right], \quad (8.11)$$

где G_v – проницаемость мембраны по воде (определяется по таблице приложения в зависимости от типа используемой мембраны), кг/(м²·с).

6. Определяют площадь поверхности мембраны F , m^2 :

$$F = \frac{M_{\Pi}}{\tau \cdot G_{\Pi}}. \quad (8.12)$$

Вопросы для самоконтроля

1. Что понимают под мембранными методами разделения смесей, в чем заключается их физическая сущность, что понимают под ретантом и пермеатом?
2. Как классифицируют мембраны по их структуре и форме фильтрующих элементов?
3. Какие существуют механизмы мембранного разделения, в чем заключается их физическая сущность, что является движущей силой этих процессов?
4. Что понимают под селективностью и удельной производительностью мембраны?
5. Запишите уравнения материальных балансов мембранного процесса разделения.
6. Каким образом рассчитывается необходимая площадь поверхности мембранного элемента?
7. Устройство и принцип работы основных типов мембранных аппаратов.

Правила безопасной работы

При работе с установками опасными факторами могут быть: электрический ток, нагретые стенки куба-испарителя, электрокалориферов, горячая жидкость.

1. Перед началом работы необходимо проверить:

- целостность изоляции токоподводящих проводов, корпуса электрооборудования, стеклянных элементов установки, запорной арматуры и приборов;

- наличие и исправность заземления (зануления);
- исправность установки;
- наличие прозрачного предохранительного щитка;
- наличие первичных средств пожаротушения.

2. Убрать с рабочего места все лишние предметы.

3. **ЗАПРЕЩАЕТСЯ** работать на неисправном оборудовании.

4. К выполнению лабораторной работы студент приступает с разрешения преподавателя после изучения принципа действия установки, последовательности включения и снятия показаний приборов.

5. **При работе на установках** не следует резко открывать и закрывать вентиль на трубопроводе охлаждающей воды во избежание нарушения целостности подводящих шлангов, стекол ротаметров и элементов установок.

6. Во время выполнения задания необходимо следить за нормальным режимом работы установки.

7. **ЗАПРЕЩАЕТСЯ** оставлять установку без присмотра.

8. **ЗАПРЕЩАЕТСЯ** доливать дистиллят в горячую кубовую жидкость.

9. При появлении посторонних шумов, разгерметизации соединений пароводопроводов работу на установке следует прекратить.

10. При прекращении подачи воды следует выключить установку и закрыть вентиль на трубопроводе.

11. В случае прекращения подачи электроэнергии необходимо отключить общий рубильник и установленные нагрузки перевести в нулевое положение.

12. При коротком замыкании, в случае поражения работающих током или при загорании токоподводящих проводов немедленно выключается общий рубильник. Очаг загорания тушится песком.

13. **По окончании работы** необходимо:

- выключить установку;
- перекрыть вентиль на водопроводе;
- убрать (сдать лаборанту или преподавателю) использованные материалы и принадлежности.

СПИСОК БИБЛИОГРАФИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКОВ

1. Общий курс процессов и аппаратов химической технологии: учебник для вузов: в 2 кн. / под общ. ред. В.Г. Айнштейна. М. : Химия, 1999. 869 с.
2. Гельперин, Н.И. Основные процессы и аппараты химической технологии. Кн.2. / Н.И. Гельперин. М.: Химия, 1981. 811 с.
3. Плановский, А.Н. Процессы и аппараты химической и нефтехимической технологии / А.Н. Плановский, П.И. Николаев М.: Химия, 1987. 496 с.
4. Пери, Дж. Справочник инженера-химика. Т.1,2 / Дж. Пери Л.: Химия, 1974.
5. Кафаров, В.В. Основы массопередачи / В.В. Кафаров. М.: Высш. шк., 1979. 439 с.
6. Касаткин, А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии: учебник для вузов / А.Г. Касаткин. 10-е изд., стереотип., дораб. М.: ООТИД “Альянс”, 2004. 753 с.
7. Павлов, К.Ф. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии / К.Ф.Павлов, П.Г. Романков, А.А.Носков. Л.: Химия, 1987. 576 с.
8. Рамм, В.М. Абсорбция газов / В.М. Рамм. М.: Химия, 1976. 655 с.

Приложение

Таблица 1

Удельная производительность обратноосмотических мембран по воде

Марка мембраны	Удельная производительность по воде, $G_B \cdot 10^3$ кг/(м ² ·с)
МГА-100	1,4
МГА-95	2,3
МГА-90	3,0
МГА-80	4,9

Таблица 2

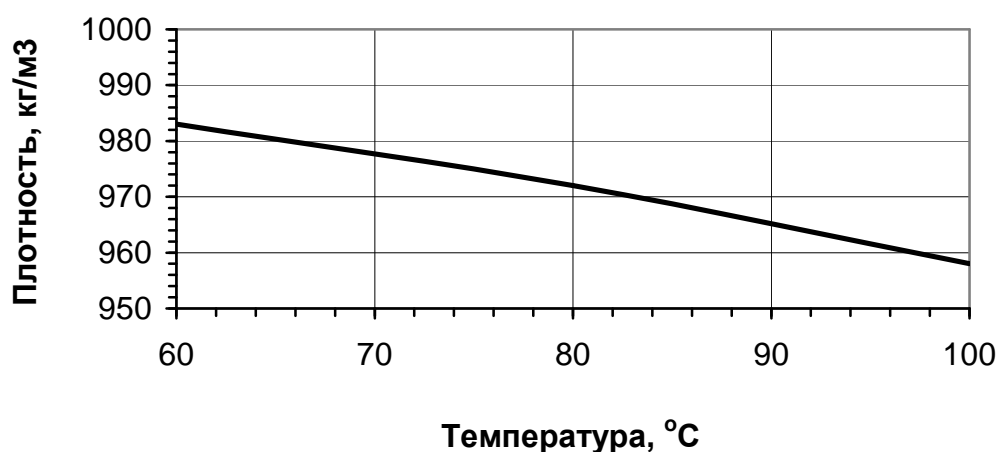
Некоторые физико-химические свойства водных растворов NaCl

Концентрация, мас.%	Осмотическое давление, МПа	Плотность раствора, кг/м ³
0,5811	0,46	1001,1
1,1555	0,92	1005,2
1,7233	1,37	1009,1
2,2846	1,82	1013,0
2,8395	2,29	1016,9
2,2846	1,82	1013,0
3,3882	2,74	1020,8
4,4671	3,68	1028,6
5,5222	4,63	1035,7
10,4665	9,78	1072,2
14,919	15,63	1105,6
18,9496	22,3	1136,9
22,6156	29,88	1166,9
25,9643	38,32	1194,1

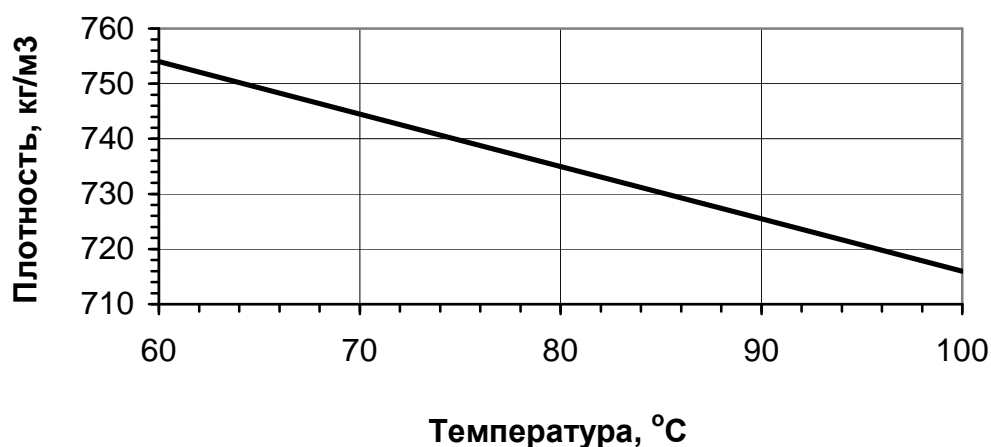
Парожидкостное равновесие для системы этиловый спирт - вода

Х мольн. доли	у мольн. доли	t °С	Х мольн. доли	у мольн. доли	t °С
0	0	100	0,3273	0,5826	81,5
0,019	0,17	95,5	0,3965	0,6122	80,7
0,0721	0,3891	89	0,5079	0,6564	79,8
0,0966	0,4375	86,7	0,5198	0,6599	79,7
0,1238	0,4704	85,3	0,5732	0,6841	79,3
0,1661	0,5089	84,1	0,6763	0,7385	78,74
0,2337	0,5445	82,7	0,7472	0,7815	78,41
0,2608	0,558	82,3	0,8943	0,8943	78,15

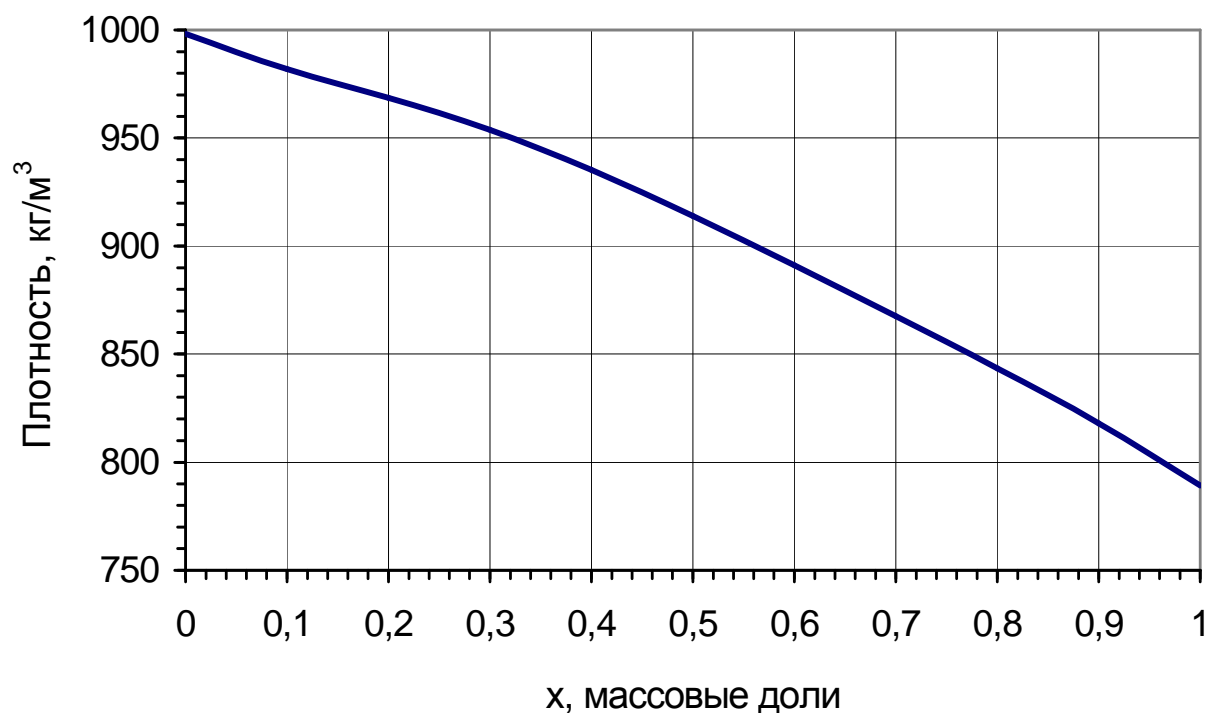
Зависимость плотности воды от температуры



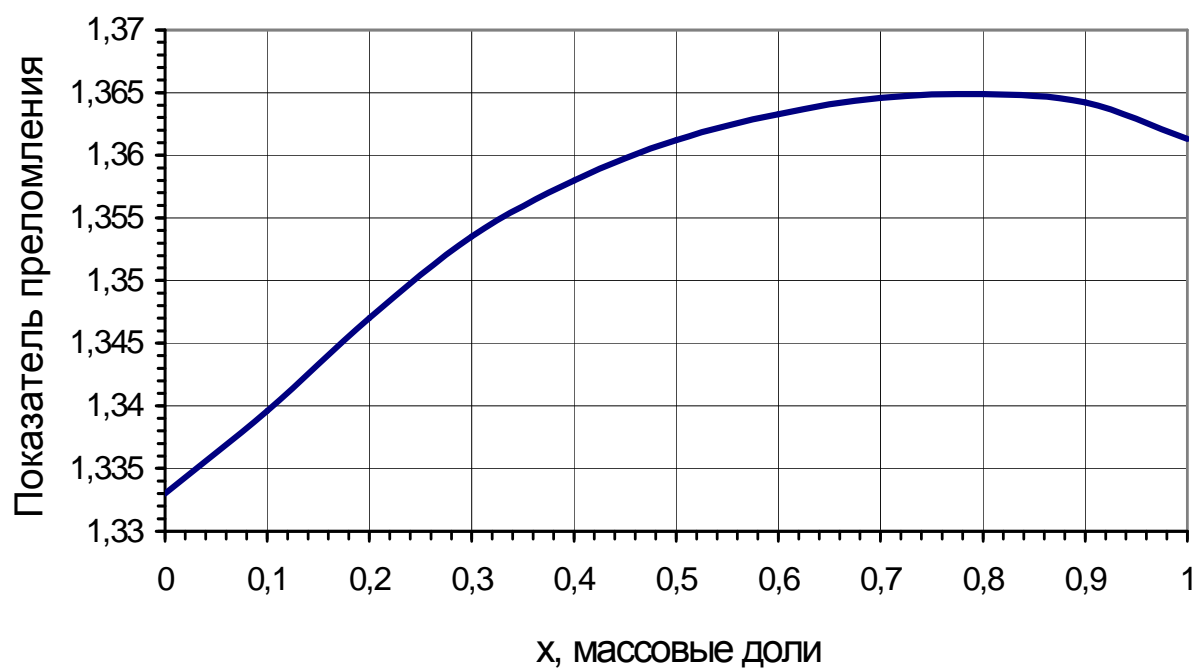
Зависимость плотности этанола от температуры



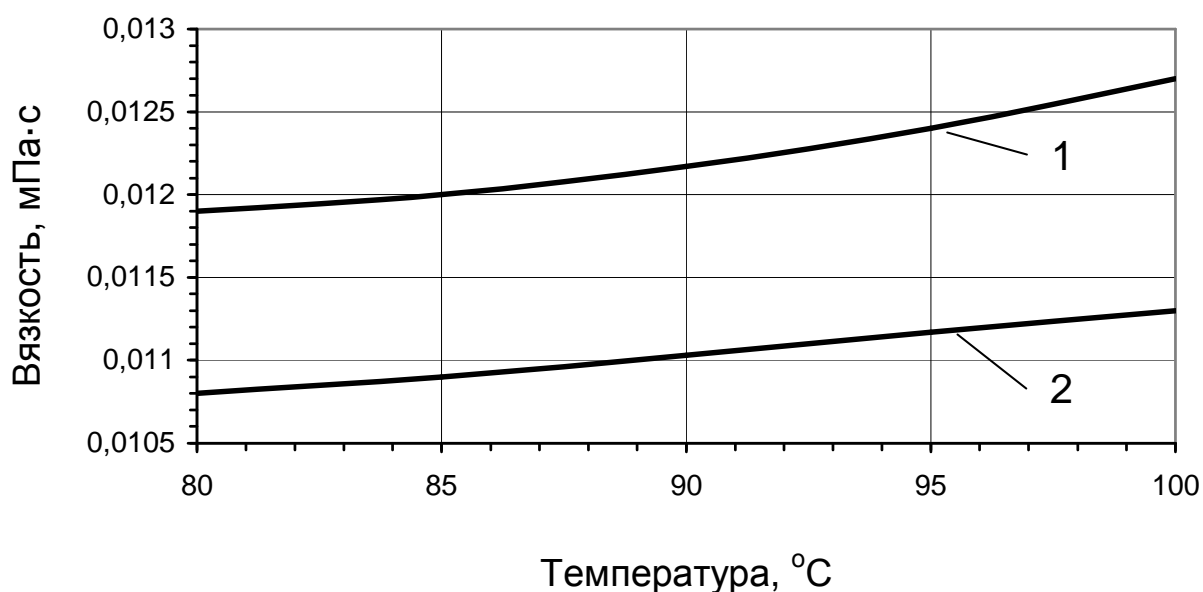
Зависимость плотности раствора этанола в воде от его концентрации при 20 °С



Зависимость показателя преломления раствора от массовой доли этанола в воде при 20 °С



Зависимости динамического коэффициента вязкости паров воды (1)
и этанола (2) от температуры



Свойства карбоната натрия

Параметр	Безводный карбонат натрия	Декагидрат $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
Молекулярная масса	106	286
Плотность	2,53 г/см ³	1,446 г/см ³
Стандартная энтальпия образования	-1131 кДж/моль (при 297 К)	-4083,5 кДж/моль (при 297 К)
Стандартная энергия Гиббса образования	-1047,5 кДж/моль (при 297 К)	-3242,3 кДж/моль (при 297 К)
Мольная теплоемкость	109,2 Дж/(моль·К) (при 297 К)	

Растворимость карбоната натрия в воде

Температура, °C	0	10	20	25	30	40	50	60	80	100	120	140
Растворимость, г Na_2CO_3 на 100 г H_2O	7	12,2	21,8	29,4	39,7	48,8	47,3	46,4	45,1	44,7	42,7	39,3

Кристаллогидраты карбоната натрия существуют в разных формах: бесцветный моноклинный $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ при 32 °C переходит в бесцветный ромбический $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, последний при нагревании до 35,27 °C переходит в ромбический $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Учебное издание

Липин Александр Геннадьевич
Кувшинова Анастасия Сергеевна
Исаев Вадим Николаевич
Липин Андрей Александрович

МАССООБМЕННЫЕ ПРОЦЕССЫ
Лабораторный практикум

Редактор О.А. Соловьева

Подписано в печать 26.09.2012. Формат 60·84 1/16. Бумага писчая.

Усл. печ. л. 6,74. Уч.-изд. л. 7,48. Тираж 300 экз. Заказ

Ивановский государственный химико-технологический университет

Отпечатано на полиграфическом оборудовании
кафедры экономики и финансов ФГБОУ ВПО «ИГХТУ»
153000, г. Иваново, пр. Ф. Энгельса, 7