

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

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПЕРИОДИЧЕСКОЙ РЕКТИФИКАЦИИ В ТАРЕЛЬЧАТОЙ КОЛОННЕ

Методические указания

Составители: А.Г. Липин

А.А. Липин

Иваново 2017

УДК 66.048.37(07)

Составители: А.Г. Липин, А.А. Липин

Исследование процесса периодической ректификации в тарельчатой колонне: методические указания / сост.: А.Г. Липин, А.А. Липин; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2017. – 36 с.

В методических указаниях рассмотрены теоретические основы процесса ректификации, устройство и работа лабораторной ректификационной установки периодического действия, методика проведения исследований и порядок обработки результатов, полученных при разделении бинарных смесей.

Предназначены студентам всех направлений подготовки ИГХТУ дневного и заочного отделений, выполняющим лабораторный практикум по дисциплинам «Процессы и аппараты химической технологии», «Процессы и аппараты защиты окружающей среды», «Процессы и аппараты биотехнологии», «Процессы и аппараты пищевых производств», «Процессы и аппараты отрасли», «Массообменные процессы и аппараты».

Табл. 3. Ил. 18. Библиогр.: 6 назв.

Рецензент

кандидат технических наук И.В. Постникова (Ивановский государственный химико-технологический университет)

Оглавление

Введение.....	4
Принципы работы ректификационных установок непрерывного и периодического действия	5
Устройство ректификационных колонн	8
Механизм взаимодействия флегмы и пара	18
Материальный баланс и уравнение рабочей линии ректификационной колонны периодического действия	19
Цель работы.....	23
Схема и принцип работы установки.....	23
Порядок выполнения работы.....	24
Обработка экспериментальных данных	26
Контрольные вопросы.....	31
Правила безопасной работы.....	31
Список литературы.....	33
Приложение.....	34

Введение

В химической технологии широко применяют различные методы разделения жидких однородных смесей, основанные на неравенстве составов жидкостей и образующихся над ними паров.

Процесс частичного испарения жидкой смеси и образования пара, при конденсации которого образуется жидкость нового состава – дистиллят, называется дистилляцией (перегонкой). Дистиллят содержит больше легколетучего компонента, чем исходная жидкость.

Ректификацией называется процесс разделения жидких однородных смесей на составляющие вещества или группы составляющих веществ в результате многократного частичного испарения жидкой смеси и конденсации образующихся паров в условиях противоточного движения пара и жидкости.

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.

Ректификация применяется в производствах метанола, этилового спирта, азотной кислоты, разделении продуктов органического синтеза, разделении природных углеводородов нефти с целью получения моторных топлив, выделении индивидуальных газов из их смесей путем предварительного ожижения и последующей ректификации жидкой смеси.

Принципы работы ректификационных установок непрерывного и периодического действия

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. 1).

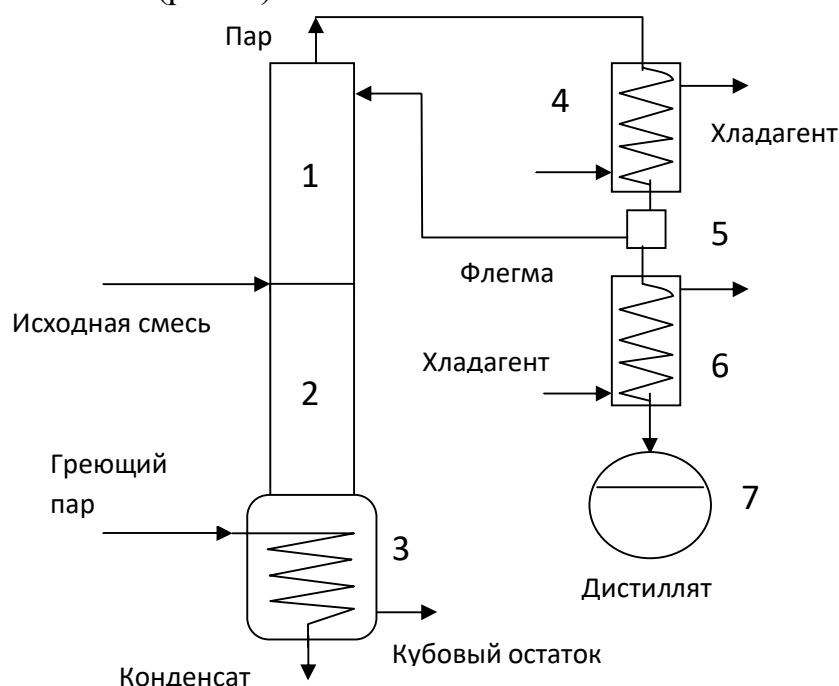


Рис. 1. Схема ректификационной установки непрерывного действия:

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) разделяемая смесь предварительно заливается в испаритель – куб колонны, доводится до кипения и испаряется. Образовавшийся пар проходит через колонну, орошаемую подаваемой сверху флегмой, представляющей 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 в кубе во времени непрерывно уменьшается при условии, что расход флегмы постоянен.

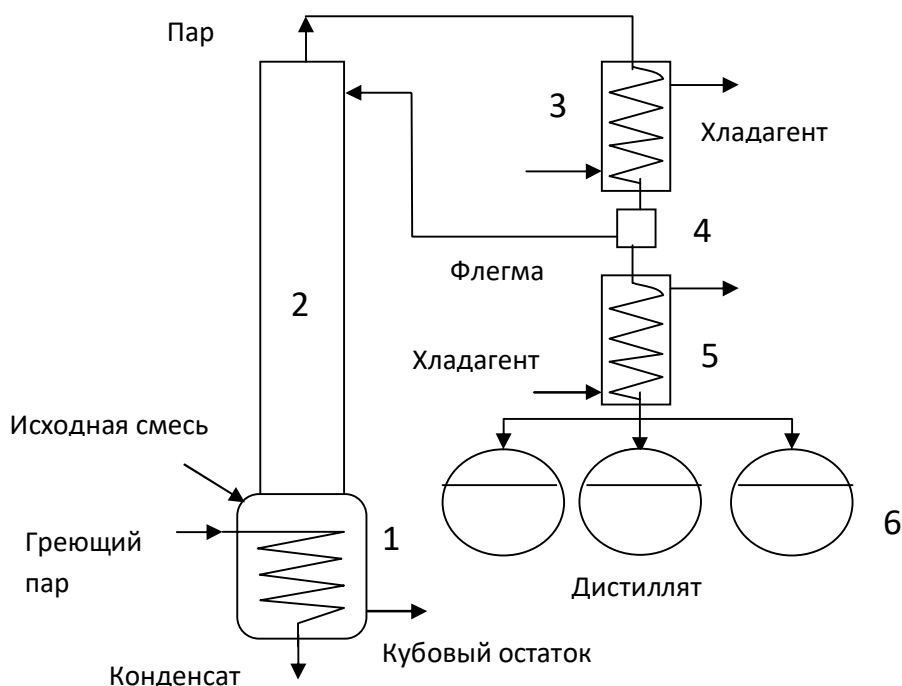


Рис. 2. Схема ректификационной установки периодического действия:
1 – куб колонны; 2 – ректификационная колонна; 3 – дефлегматор; 4 –
отделитель флегмы; 5 – холодильник; 6 – сборники готового продукта

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. 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 С), обогащенный ЛЛК А.

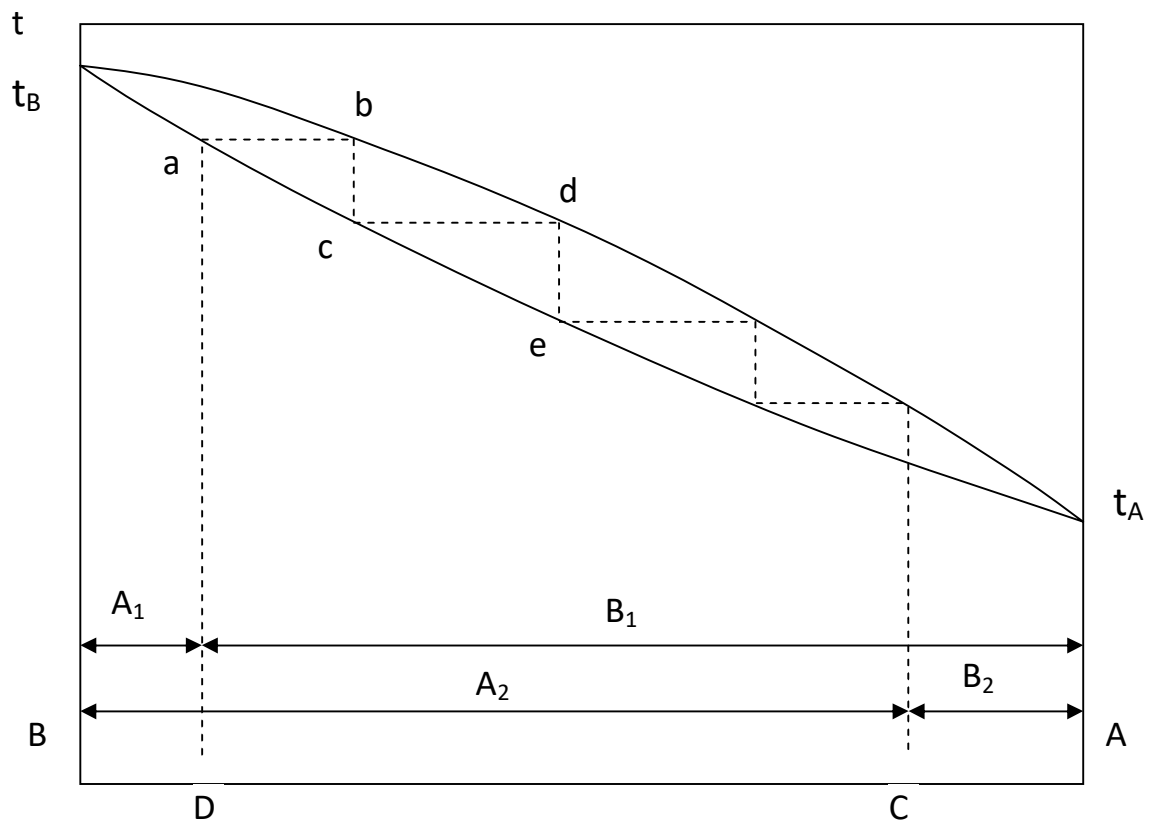


Рис. 3. Процесс ректификации на диаграмме температура – состав

Устройство ректификационных колонн

На практике ректификация проводится в колонных аппаратах барботажного (рис. 4) или насадочного (рис. 5) типа, принцип работы которых заключается в постоянном тепло- и массообмене между поднимающимся в колонне паром и стекающей жидкостью – флегмой.

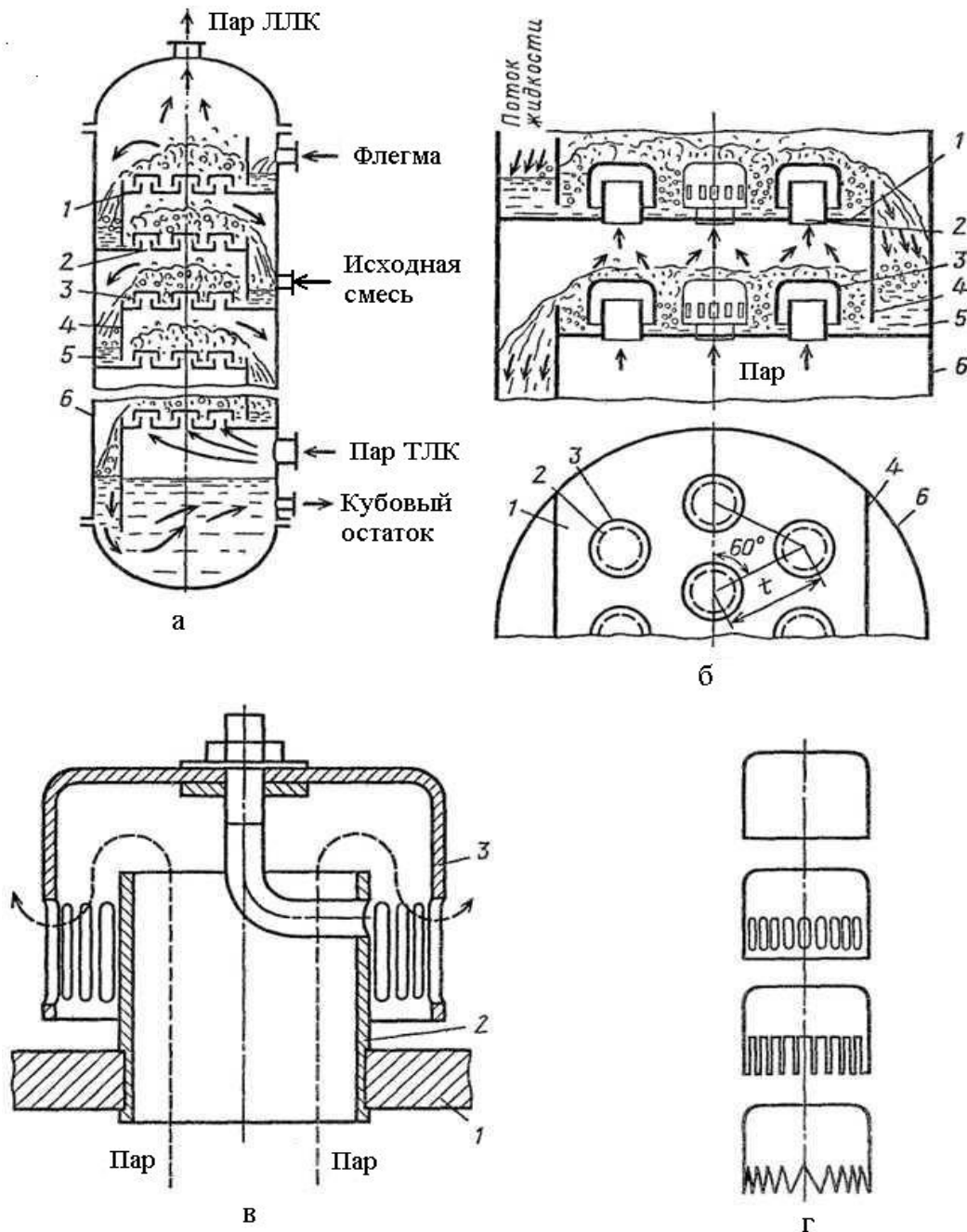


Рис. 4. Устройство колонны и колпачковых тарелок:

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

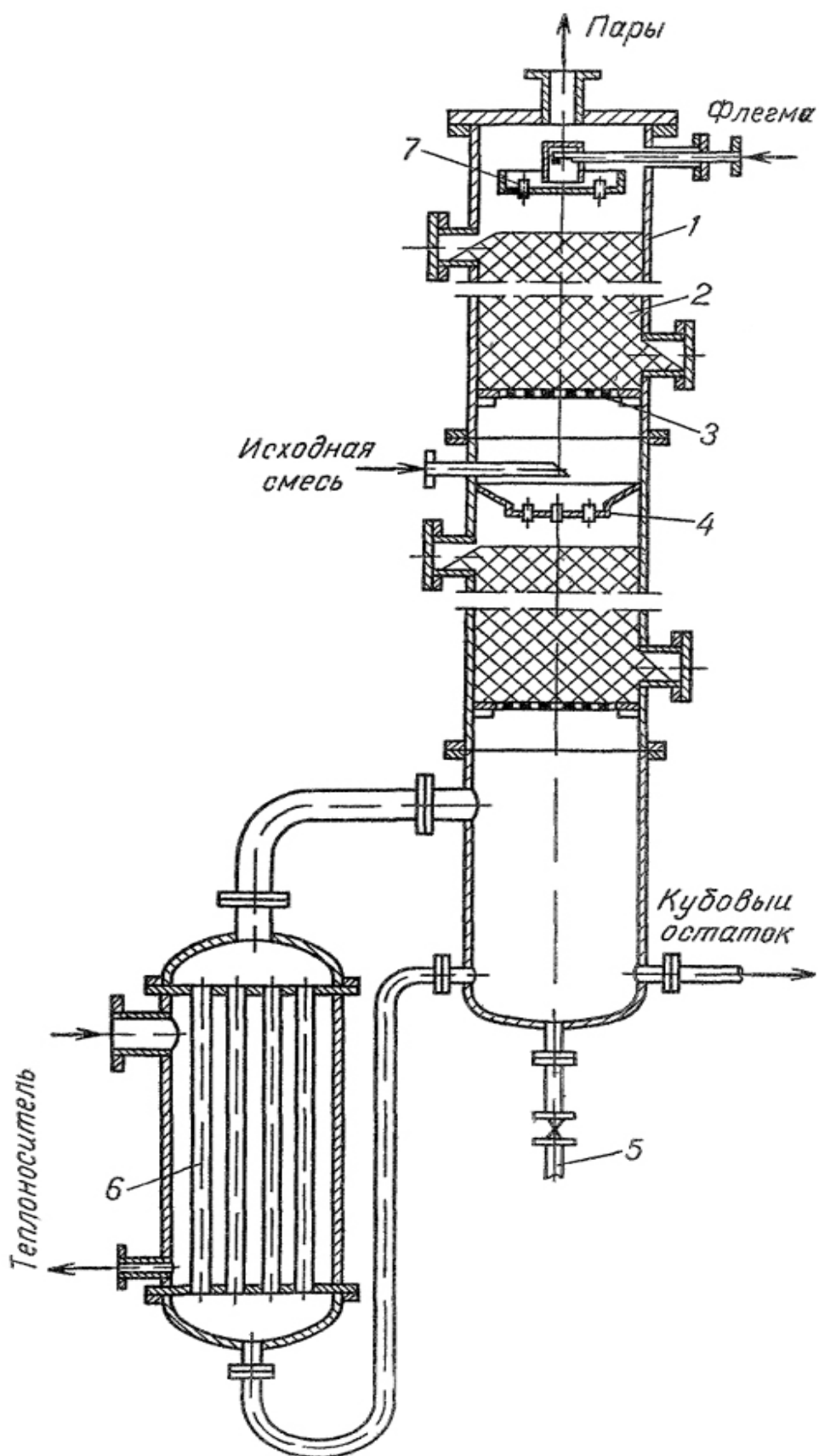


Рис. 5. Насадочная ректификационная колонна с кипятильником:

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

Колпачковые тарелки имеют специальные устройства для перетока жидкости с одной тарелки на другую – сливные трубки, карманы и др. Нижние концы сливных устройств погружены в жидкость на нижерасположенных тарелках для создания гидрозатвора, предотвращающего прохождение пара через сливное устройство. Жидкость движется вдоль тарелки от одного сливного устройства к другому, перетекает с тарелки на тарелку и удаляется из нижней части колонны. Переливные устройства на тарелках располагаются таким образом, чтобы жидкость на соседних по высоте аппарата тарелках протекала во взаимопротивоположных направлениях. Пар проходит через прорези колпачков и затем попадает в слой жидкости на тарелке, высота которого регулируется в основном высотой сливного порога. При этом пар в жидкости распределяется в виде пузырьков и струй, образуя в ней слой пены, в которой происходят основные процессы массо- и теплопереноса. Эта пена нестабильна, и при подходе ее к сливному устройству жидкость осветляется.

Гидродинамические режимы работы тарелок. Основное влияние на эффективность тарелок любых конструкций оказывают гидродинамические условия их работы. Эти условия в значительной мере зависят от скорости газа и в существенно меньшей – от плотности орошения и физических свойств фаз. В зависимости от скорости газа различают три основных гидродинамических режима работы тарельчатых аппаратов: пузырьковый, пенный и струйный (или инъекционный). Эти режимы различаются структурой газожидкостного слоя на тарелке, которая в основном определяет его гидравлическое сопротивление, высоту и поверхность контакта на тарелке.

Пузырьковый (барботажный) режим возникает при небольших скоростях газа, когда в виде отдельных пузырьков газ движется через слой жидкости. Если при этом пузырьки газа не сливаются друг с другом, то гидродинамика такого движения (диаметр пузырьков, скорость их всплывания) может быть описана уравнениями, полученными для всплывания одиночного пузырька. Отметим, что поверхность контакта фаз в этом режиме невелика.

Пенный режим возникает при увеличении скорости газа, когда его пузырьки, выходящие из прорезей или отверстий, сливаются в струи, которые вследствие сопротивления барботажного слоя разрушаются (на некотором расстоянии от места истечения) с образованием большого числа мелких пузырьков. При этом на тарелке образуется газожидкостная система – *пена*, которая является нестабильной и разрушается мгновенно после прекращения подачи газа. Основной поверхностью контакта фаз в такой системе является поверхность пузырьков, а также струй газа и капель жидкости над газожидкостной системой, которые образуются при разрушении пузырьков газа в момент их выхода из барботажного слоя. Поверхность контакта фаз при пенном режиме наибольшая, поэтому пенный режим обычно является наиболее рациональным режимом работы тарельчатых абсорберов.

Струйный (инжекционный) режим возникает при дальнейшем увеличении скорости газа, когда увеличивается длина газовых струй и наступает такой режим, при котором они выходят из газожидкостного слоя не разрушаясь, но образуя значительное количество брызг – вследствие разрушения большого числа пузырьков газа. В этом режиме поверхность контакта фаз существенно меньше, чем в пенном.

Очевидно, что поверхность контакта фаз на тарелке должна зависеть от числа отверстий и прорезей, поскольку чем их больше, тем больше струек газа будет поступать в слой жидкости на тарелке. Например, в колоннах с колпачковыми тарелками на тарелке устанавливают значительное число колпачков, расположенных на небольшом расстоянии друг от друга. При этом, как правило, колпачки имеют довольно много прорезей (см. рис. 4) для разбивания потока газа на небольшое число тонких газовых струек.

Для тарельчатых колонн со сливными устройствами характерна *гидродинамическая неравномерность* по длине тарелки, которая является следствием гидравлического сопротивления движению жидкости по длине тарелки. Эта неравномерность объясняется тем, что при движении жидкости по тарелке ее уровень повышается (например, из-за наличия колпачков или под

действием перпендикулярного потока, проходящего через жидкость газа), и по длине пути движения жидкости возникает гидравлический градиент. Такое явление приводит к неравномерному распределению газа по площади тарелки: большая часть газа движется через часть тарелки, прилегающую к сливному порогу, где уровень жидкости ниже, что становится особенно заметным на тарелках больших диаметров, когда величина гидравлического градиента значительна. Для снижения гидравлического градиента в аппаратах большого диаметра (от 1-2 м и выше) уменьшают путь прохождения жидкости.

Отметим, что колпачковые тарелки устойчиво работают при значительных изменениях нагрузок по газу и жидкости. Этот показатель очень важен при организации процесса в производственных условиях. Но недостатки колпачковых тарелок довольно существенны – они сложны по устройству, для их изготовления требуются большие затраты металла, они отличаются большим гидравлическим сопротивлением и малой предельно допустимой скоростью газа. Поэтому колонны с колпачковыми тарелками вытесняются более эффективными конструкциями тарельчатых аппаратов.

Ситчатые тарелки (рис.6) имеют большое количество отверстий диаметром 2 - 8 мм, через которые проходит пар в слой жидкости на тарелке. Уровень жидкости на тарелке 1 поддерживается переливным устройством 2. При слишком малой скорости газа его давление не может удержать слой жидкости, соответствующий высоте перелива, и жидкость может просачиваться (или «проваливаться») через отверстия тарелки на нижерасположенную тарелку, что приводит к существенному снижению движущей силы массообменного процесса. Поэтому пар должен двигаться с определенной скоростью и иметь давление, достаточное для того, чтобы преодолеть сопротивление слоя жидкости на тарелке и предотвратить стекание жидкости через отверстия тарелки. Таким образом, ситчатые тарелки обладают более узким диапазоном работы по сравнению с колпачковыми.

К достоинствам ситчатых тарелок относятся: простота их устройства, легкость монтажа и ремонта, сравнительно низкое гидравлическое сопротивление, достаточно высокая эффективность. Однако эти тарелки чувствительны к загрязнениям и осадкам, которые забивают их отверстия. Если происходит внезапное прекращение подачи пара или существенное снижение его давления, то с ситчатых тарелок сливается вся жидкость, и для возобновления нормальной работы аппарата необходимо вновь запускать колонну.

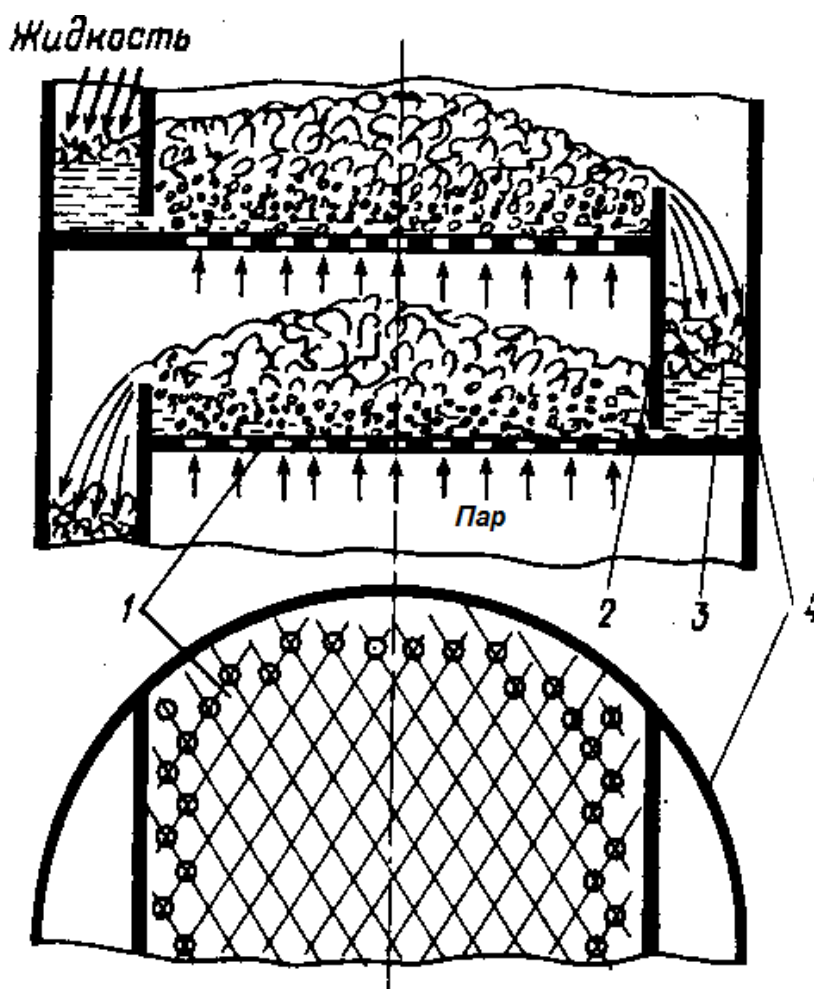


Рис. 6. Устройство ситчатых переточных тарелок:
 1 – тарелки, 2 – переточные перегородки, 3 – гидравлические затворы, 4 – корпус колонны

Клапанные тарелки. Принцип действия этих тарелок (рис. 7) состоит в том, что клапан 2, свободно лежащий над отверстием в тарелке 1, с изменением расхода газа увеличивает подъем и соответственно площадь зазора между клапаном и плоскостью тарелки для прохода газа. Поэтому скорость газа в этом зазоре, а значит и во входе в слой жидкости на тарелке, остается приблизительно постоянной, что обеспечивает неизменно эффективную работу тарелки. Гидравлическое сопротивление тарелки при этом увеличивается незначительно. Высота подъема клапана определяется высотой ограничителя 7 (рис. 7, б) и обычно не превышает 6-8 мм. Диаметр отверстий под клапаном составляет 35 - 40 мм, а диаметр самого клапана 45 - 50 мм.

К достоинствам клапанных тарелок следует отнести, прежде всего, их гидродинамическую устойчивость и высокую эффективность в широком интервале изменения нагрузок по пару. К недостаткам этих тарелок относятся их повышенное гидравлическое сопротивление, обусловленное весом клапана, и усложненная конструкция тарелки.

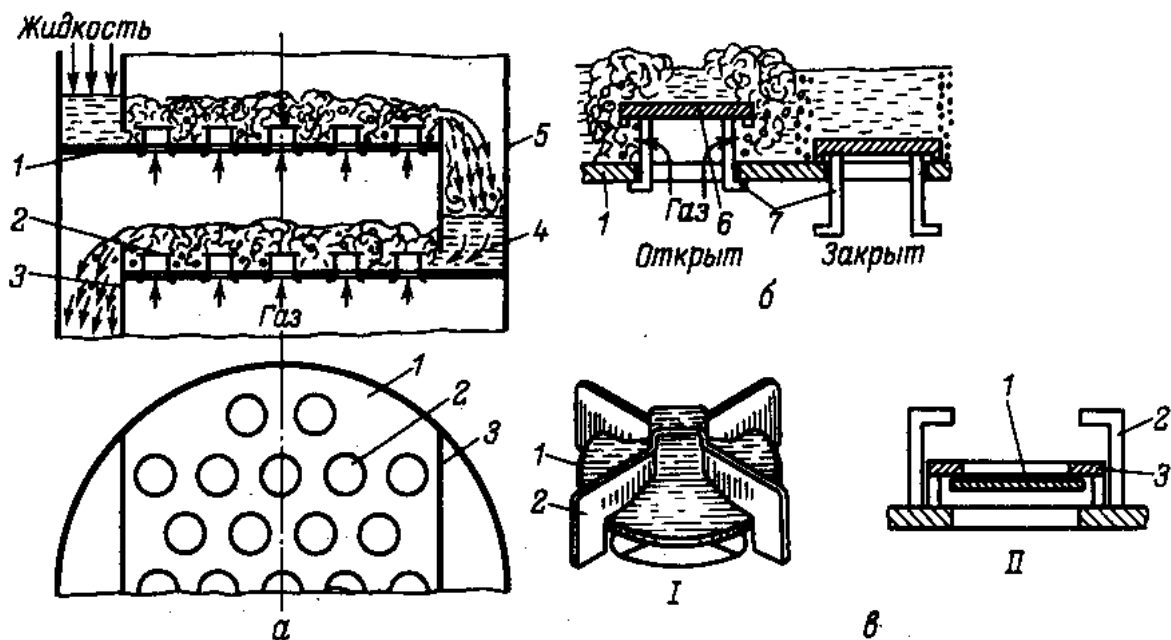


Рис. 7. Устройство клапанных тарелок:

а – две соседние тарелки с круглыми клапанами; б – принцип работы клапана; 1 – тарелка; 2 – клапан; 3 – переточная перегородка с порогом; 4 – гидравлический затвор; 5 – корпус колонны; 6 – диск клапана; 7 – ограничители подъема клапана; в – круглые клапаны с верхним ограничителем (I) и с балластом (II): 1 – дисковый клапан; 2 – ограничитель; 3 – балласт

Пластинчатые тарелки. В отличие от рассмотренных выше тарелок эти тарелки работают при однонаправленном движении фаз (рис. 8). На пластинчатой тарелке жидкость, движение которой показано на рисунке сплошными стрелками, поступает с вышележащей тарелки в гидравлический затвор 1 и через переливную перегородку 2 попадает на тарелку, состоящую из ряда наклонных пластин 3. Дойдя до первой щели, образованной наклонными пластинами, жидкость встречается с паром (пунктирные стрелки), который с большой скоростью (20-30 м/с) проходит сквозь щели. При этом происходит частичное диспергирование жидкости паровым потоком и отбрасывание ее к следующей щели, где процесс взаимодействия фаз повторяется. Поэтому на такой тарелке жидкость с большой скоростью в основном в виде капель движется от переливной перегородки 2 к сливному карману 4. На пластинчатых тарелках нет необходимости в установке переливного порога у кармана 4, что уменьшает их гидравлическое сопротивление.

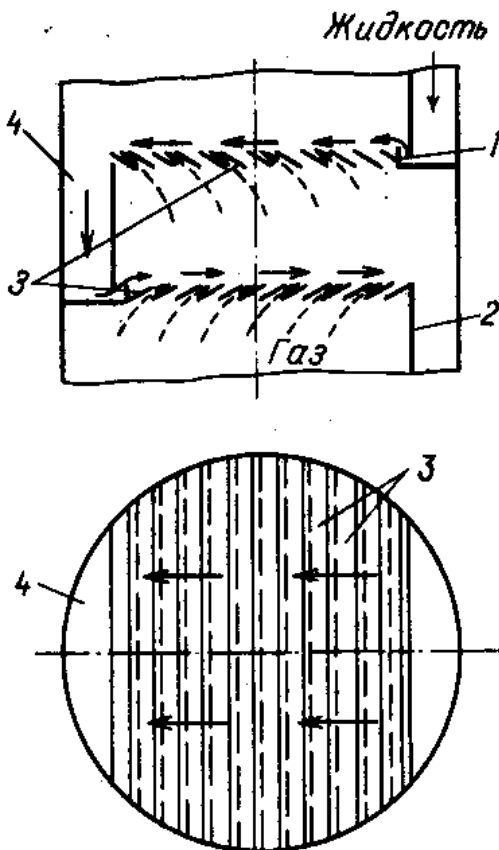


Рис. 8. Устройство пластинчатых тарелок: 1 – гидравлический затвор; 2 – переливная перегородка; 3 – пластины; 4 – сливной карман

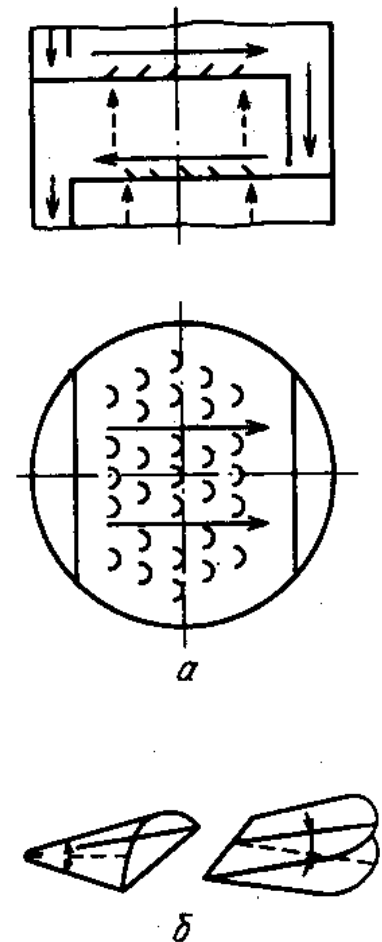


Рис. 9. Устройство и действие чешуйчатых тарелок: а) схема потоков пара (пунктир) и жидкости (сплошные стрелки) на тарелках; б) типы чешуек

Таким образом, пластинчатые тарелки работают в иных, чем на рассмотренных выше тарелках, гидродинамических условиях: жидкость на тарелке становится дисперсной фазой, а газ - сплошной. Такой гидродинамический режим может быть назван *капельным*; он позволяет создавать большие нагрузки по жидкости и газу в колоннах с пластинчатыми тарелками.

К достоинствам пластинчатых тарелок относятся: достаточно низкое гидравлическое сопротивление, большие допустимые нагрузки по жидкости и газу, небольшой расход материала на их изготовление. Недостатками пластинчатых тарелок являются сложность подвода и отвода теплоты, невысокая эффективность при низких нагрузках по жидкости и др.

Разработаны другие конструкции тарелок с однонаправленным движением фаз, например *чешуйчатые* (рис. 9), принцип действия которых аналогичен работе пластинчатых тарелок.

Колонны с тарелками без сливных устройств. В тарелке без сливных устройств (рис. 10) газ и жидкость проходят через одни и те же отверстия или щели. При этом одновременно с взаимодействием фаз на тарелке происходит сток жидкости на нижерасположенную тарелку - «проваливание» жидкости. Поэтому тарелки такого типа часто называют *провальными*. Конструкции (типы) провальных тарелок представлены на рис. 11.

Гидродинамические режимы работы провальных тарелок специфичны тем, что нормальная их работа возможна только после достижения определенной скорости газа. При низких скоростях газа жидкость на тарелке не задерживается, так как мала сила трения на поверхности контакта жидкости и газа. При достижении определенной скорости газа происходит скачкообразное увеличение гидравлического сопротивления, так как на поверхности тарелки появляется слой жидкости. При этом на тарелке могут возникать рассмотренные выше гидродинамические режимы (образование режимов зависит от ряда факторов - размеров отверстий или щелей в тарелке, расходов жидкости и др.).

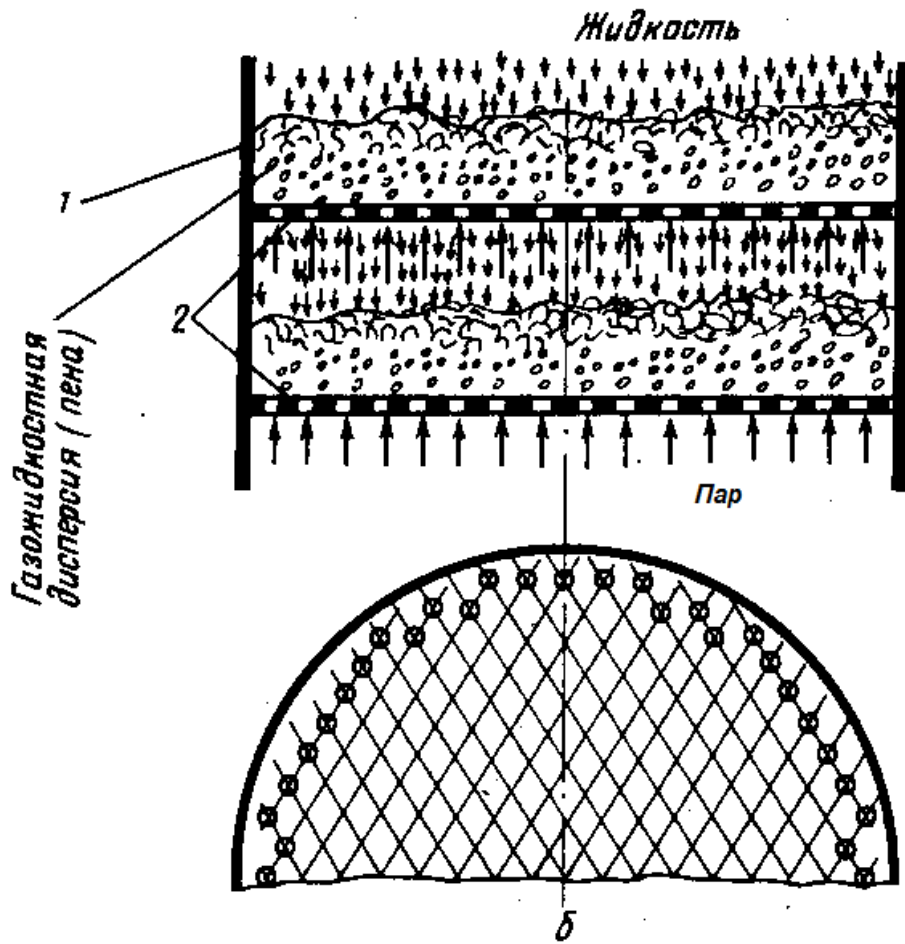


Рис. 10. Провальные ситчатые тарелки

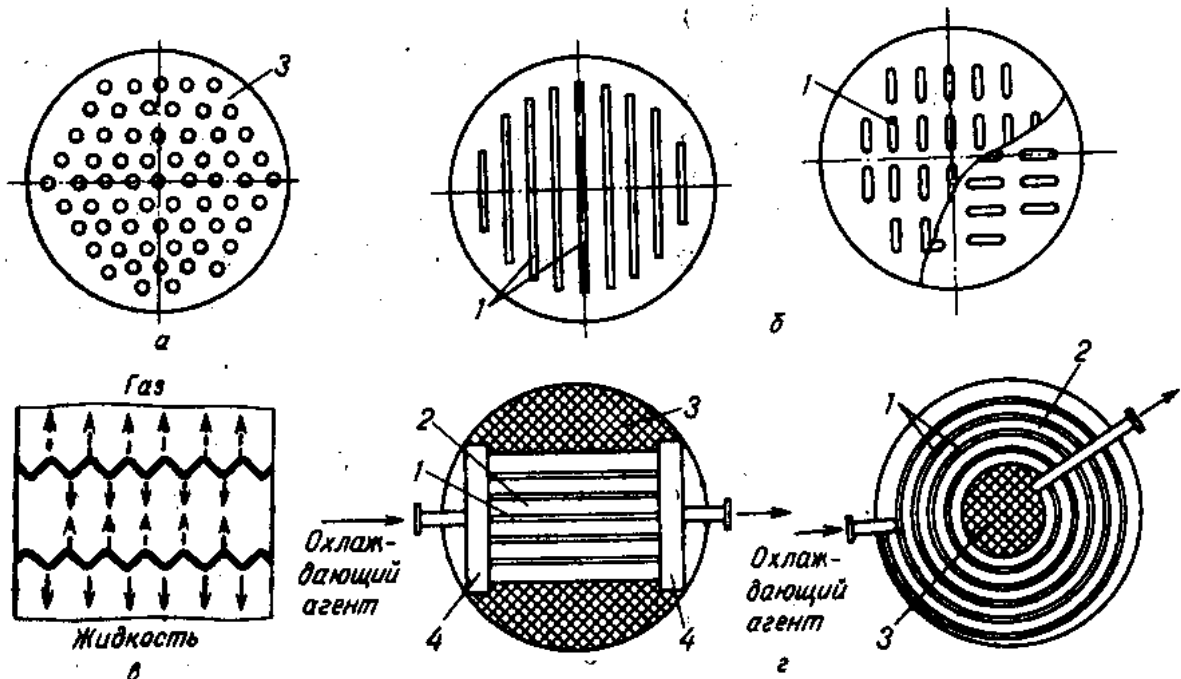


Рис. 11. Типы провальных тарелок: а – дырчатая (в плане); б – решетчатые (в плане); в – волнистая (в продольном сечении); г – трубчатые (в плане); 1 – щели; 2 – трубы; 3 – перфорированный лист; 4 - коллекторы

Дырчатые тарелки (см. рис. 11,а) аналогичны по конструкции ситчатым тарелкам, но отличаются от них отсутствием сливных устройств. Диаметр отверстий в этих тарелках обычно 4 - 10 мм, иногда до 15 - 20 мм, что позволяет существенно увеличить нагрузки по жидкости и газу при незначительном гидравлическом сопротивлении. Суммарная площадь свободного сечения $F_{СВ} = 10 — 15 \%$, а в тарелках с $d_3 = 20 - 25$ мм эта величина может быть существенно большей. В таком случае диапазон устойчивой работы тарелок незначителен.

Решетчатые тарелки имеют, как правило, выштампованные щели шириной 3-8 мм (см. рис. 11,б).

Волнистые тарелки изготавливают гофрированием металлических листов с отверстиями (см. рис. 11, в). В этих тарелках слив жидкости в основном происходит через отверстия в нижних изгибах тарелки, а газ проходит в основном через ее верхние изгибы. Такое устройство провальных тарелок увеличивает интервал их устойчивой работы, однако они сложнее в изготовлении и монтаже, чем дырчатые и решетчатые тарелки.

Трубчатые тарелки обычно изготавливают в виде решетки из ряда параллельных труб (см. рис. 11, г), присоединенных к коллектору. Эти тарелки целесообразно применять при необходимости подвода теплоты к жидкости или ее отвода. К недостаткам трубчатых тарелок следует отнести сложность изготовления и монтажа, большой расход металла.

Поскольку дырчатые и решетчатые тарелки просты по устройству и монтажу, обладают низким гидравлическим сопротивлением и другими достоинствами, то они более широко применяются в промышленности по сравнению с другими провальными тарелками.

Механизм взаимодействия флегмы и пара

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.

Материальный баланс и уравнение рабочей линии ректификационной колонны периодического действия

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. Расчет процесса

ректификации ведется обычно графоаналитическим методом, для чего на диаграмму составов наносится кривая равновесия и рабочая линия процесса (рис. 12).

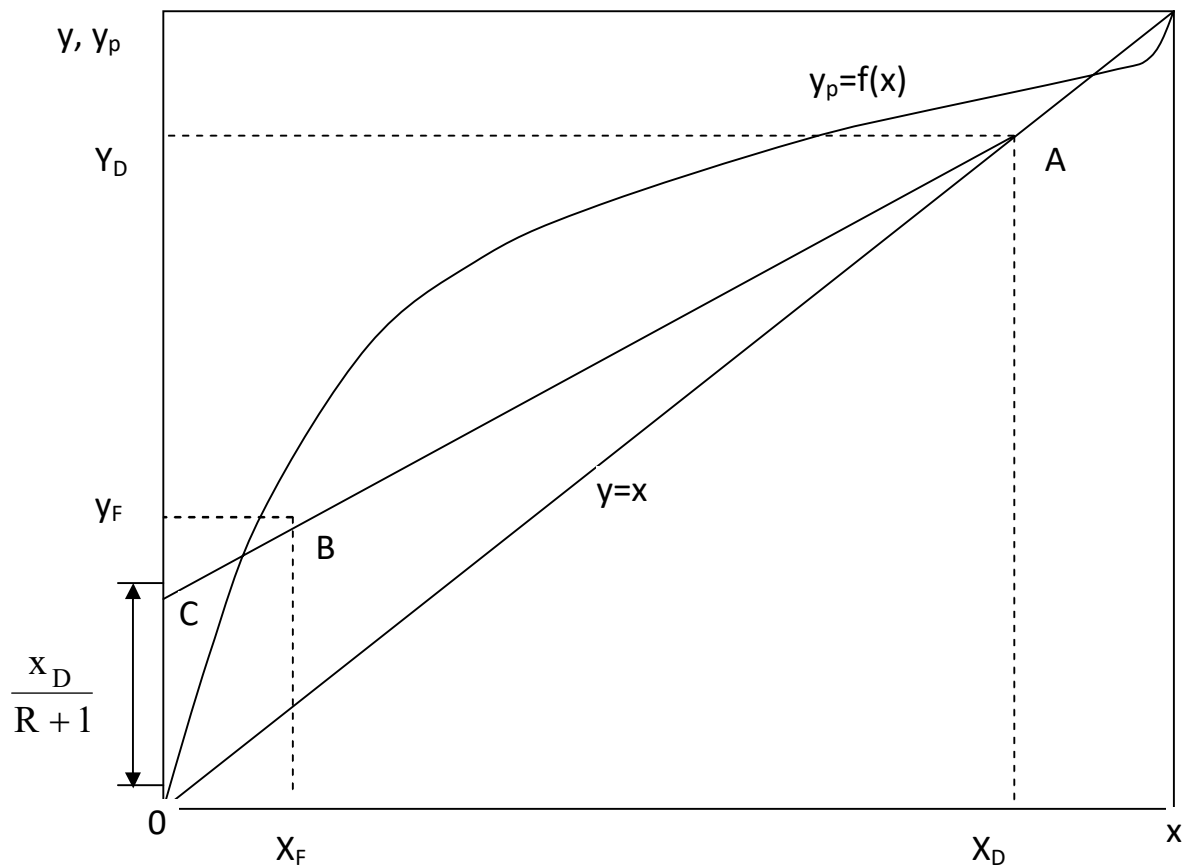


Рис. 12. Диаграмма $y(y_p) - x$ для процесса периодической ректификации

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

$$G = \Phi + D, \quad (1)$$

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 (1) к 1 кмолью продукта, то получим выражение:

$$\frac{G}{D} = \frac{\Phi}{D} + 1 \quad \text{или} \quad \frac{G}{D} = R + 1, \quad (2)$$

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

$$G = D (R + 1). \quad (3)$$

Материальный баланс процесса периодической ректификации по легколетучему компоненту (ЛЛК) записывается аналогично уравнению (1) и может быть представлен в следующем виде:

$$G \cdot y = \Phi x + D x_D. \quad (4)$$

Разделив правую и левую части уравнения (4) на D с учетом $\frac{G}{D} = R + 1$, получим выражение:

$$y = \frac{R}{R + 1} x + \frac{x_D}{R + 1}, \quad (5)$$

где x_D – концентрация ЛЛК в продукте (дистилляте). Выражение (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. 12).

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

$$y_p = \frac{\alpha x}{1 + x(\alpha - 1)}, \quad (6)$$

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.

Процесс периодической ректификации может проводиться при постоянном расходе флегмы и с получением дистиллята постоянного состава.

Для обеспечения постоянного состава дистиллята процесс ректификации необходимо проводить при непрерывно изменяющемся флегмовом числе: минимальном в начале процесса и максимальном в конце. Для концентраций x_f и x_p положение рабочей линии находится на основании соображений, изложенных ранее. При этом следует учитывать, что по мере отгонки летучего компонента концентрация его в кубе уменьшается до x_w , проходя через ряд промежуточных значений, например x_1, x_2 и т. д.

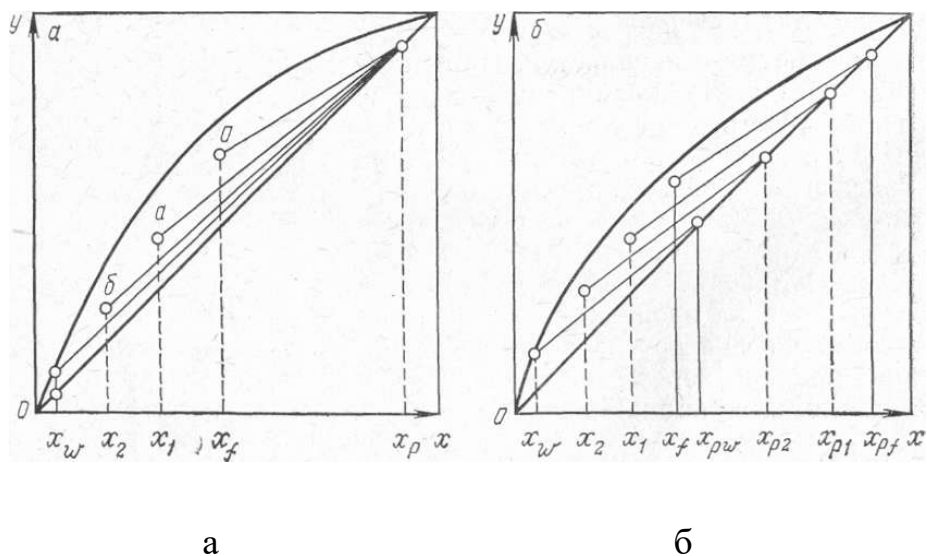


Рис. 13. Рабочие линии периодической ректификации с переменным (а) и постоянным (б) флегмовым числом

Определение положения точек а, б и т. д. (рис. 13, а), характеризующих соответствующее флегмовое число, возможно путем подбора, а именно: их положение должно отвечать равенству чисел единиц переноса для границ концентраций $x_1—x_p, x_2—x_p$ и т. д. в пределах концентраций $x_f—x_w$.

Очевидно, что проведение процесса ректификации периодическим методом при режиме $x_p = \text{const}$ практически весьма затруднительно, поскольку

для этого требуется непрерывное и строго программное изменение питания колонны парами и флегмой. Поэтому рассмотренный режим ректификации применяют в промышленности очень редко.

Широко распространен в промышленности процесс ректификации, проводимый периодическим методом в условиях постоянного флегмового числа. Этот процесс для малотоннажных производств имеет преимущество даже по сравнению с процессом непрерывной ректификации. Оно состоит в том, что разделение смеси из любого числа компонентов возможно при помощи одного ректификационного аппарата.

При постоянном флегмовом числе наклон рабочих линий не зависит от концентраций. Пусть в первый момент ректификации концентрация летучего компонента в кубовой жидкости составляет x_f , а в дистилляте x_{pf} (рис. 13,б). По мере течения процесса концентрация легколетучего компонента в кубовой жидкости будет уменьшаться и принимать значения x_1 , x_2 и т. д., вплоть до конечного значения x_w . Соответственно будет уменьшаться и концентрация легколетучего компонента в дистилляте: x_{pf} , x_{p1} , x_{p2} и т. д. В итоге рассмотренного процесса будет получен дистиллят среднего состава в пределах $x_{pf} - x_{pw}$ и остаток состава x_w .

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 коэффициента массопередачи и среднего КПД тарелок колонны.

Схема и принцип работы установки

Установка состоит из стеклянной ректификационной колонны 1, (рис. 14) диаметром $d=58$ мм, имеющей 5 провальных ситчатых тарелок. Высота колонны $H=0,45$ м. Колонна 1 присоединена к кубу-испарителю 2,

снабженному электрическим нагревателем 6, мощность которого регулируется с помощью блока управления 7 в диапазоне 1 – 1,5 кВт. Объем куба 10 л.

Для контроля над работой колонны служат электронные термометры, при помощи которых замеряется температура паровой фазы в испарителе (t_1) и температура пара на выходе из колонны (t_2). Температура воды на входе в дефлегматор (t_3) и выходе из дефлегматора (t_4) замеряется с помощью ртутных термометров.

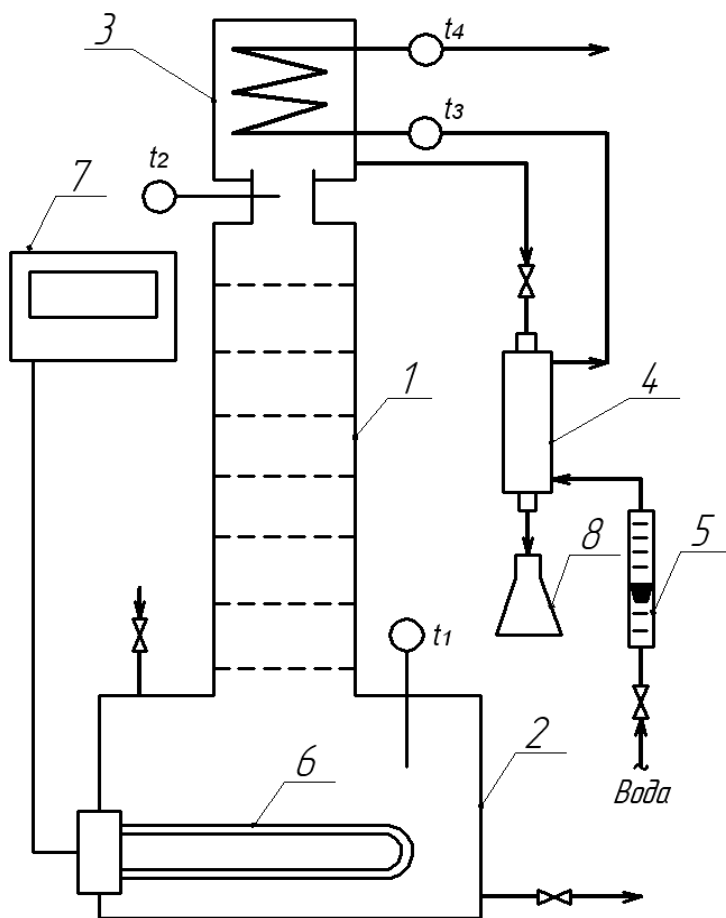


Рис.14. Схема лабораторной установки:

- 1 – тарельчатая колонна,
- 2 – куб-испаритель,
- 3 – дефлегматор,
- 4 – холодильник дистиллята,
- 5 – ротаметр,
- 6 – электронагреватель,
- 7 – регулятор мощности,
- 8 – сборник дистиллята,
- t_1 – температура в кубе колонны,
- t_2 – температура паров на выходе из колонны,
- t_3 – температура воды на входе в дефлегматор,
- t_4 – температура воды на выходе из дефлегматора

Пар, вышедший из колонны, направляется в дефлегматор (конденсатор) 3, где конденсируется. Конденсат стекает в колонну в виде флегмы. Часть конденсата отбирается в качестве дистиллята, направляется в холодильник 4, где охлаждается и стекает в сборник готового продукта 8. Расход охлаждающей воды, поступающей в холодильник и дефлегматор, контролируется с помощью ротаметра 5.

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 в Приложении. Приготовленный раствор заливается в куб колонны и включается электронагреватель испарителя. Включение аппаратуры в работу и установка заданного режима разрешаются только допущенным к этому лицам. С помощью вентиля и ротаметра 5 устанавливается и поддерживается заданный расход охлаждающей воды.

После того, как раствор в испарителе закипит и колонна прогреется, необходимо дождаться появления на тарелках слоя жидкости. Колонна вошла в рабочий режим. Начинается отбор продукта.

При проведении работы отмечается объем дистилята, 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. В ходе эксперимента записываются показания термометров. Полученные данные сводятся в табл. 1, и по ним производится расчет процесса.

Таблица 1. Опытные данные

Расход воды		$t_1, ^\circ\text{C}$	$t_2, ^\circ\text{C}$	$t_3, ^\circ\text{C}$	$t_4, ^\circ\text{C}$	V, мл	τ, c	n_D	$\bar{x}_D,$ мас.доли	$\rho_D,$ кг/м ³	Q _{эл} , Вт
Деления ротаметра	G, кг/с										

Обработка экспериментальных данных

1. Находим тепловую нагрузку дефлегматора:

$$Q = G_B c_B (t_4 - t_3), \quad (1)$$

где Q – количество теплоты, переданное от конденсирующегося пара к охлаждающей воде, Вт; G_B – расход охлаждающей воды, кг/с; $C_B=4190$ Дж/(кг град) – теплоемкость воды; t_3, t_4 – температуры охлаждающей воды на входе и выходе из дефлегматора, °С.

2. Рассчитываем удельную теплоту конденсации паровой смеси

$$r^* = r_{\text{ЛЛК}} \bar{x}_D + r_{\text{ТЛК}} (1 - \bar{x}_D), \quad (2)$$

где \bar{x}_D – массовая доля этилового спирта в дистилляте; $r_{\text{ЛЛК}}, r_{\text{ТЛК}}$ – удельные теплоты конденсации паров легколетучего (этанол) и труднолетучего (вода) компонента, (Дж/кг). В данном случае в расчетах можно принять: $r_{\text{ЛЛК}}=846 \cdot 10^3$ Дж/кг, $r_{\text{ТЛК}}=2310 \cdot 10^3$ Дж/кг.

3. Определяем расход ($G_{\text{п}}$, кг/с) паровой смеси, конденсирующейся в дефлегматоре:

$$G_{\text{п}}=Q/r^*. \quad (3)$$

4. Находим расход дистиллята, средний за время опыта:

$$G_D=10^{-6} \cdot V \cdot \rho_D/\tau, \quad (4)$$

где V – объем собранного дистиллята, мл; τ – время процесса, с; ρ_D – плотность дистиллята, (кг/м³), определяется по графику.

5. Рассчитываем флегмовое число:

$$R=G_{\text{п}}/G_D-1. \quad (5)$$

6. Находим коэффициент полезного действия кипятильника:

$$\eta_{\text{кип}}=Q/Q_{\text{эл}}. \quad (6)$$

7. Определяем мольную долю этанола x_F в кубовой жидкости по таблице 1 Приложения в зависимости от температуры кипения (t_1).

8. Значения концентрации \bar{x}_D пересчитываем из массовых долей в мольные единицы по формуле:

$$x = \frac{\bar{x} / M_{\text{ЛЛК}}}{\bar{x} / M_{\text{ЛЛК}} + (1 - \bar{x}) / M_{\text{ТЛК}}}, \quad (7)$$

где $M_{\text{ЛЛК}}$, $M_{\text{ТЛК}}$ – молекулярные массы легколетучего и труднолетучего компонентов разделяемой смеси, соответственно. $M_{\text{ЛЛК}}=46$, $M_{\text{ТЛК}}=18$.

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

10. На диаграмме составов строится изображение рабочей линии процесса АВ.

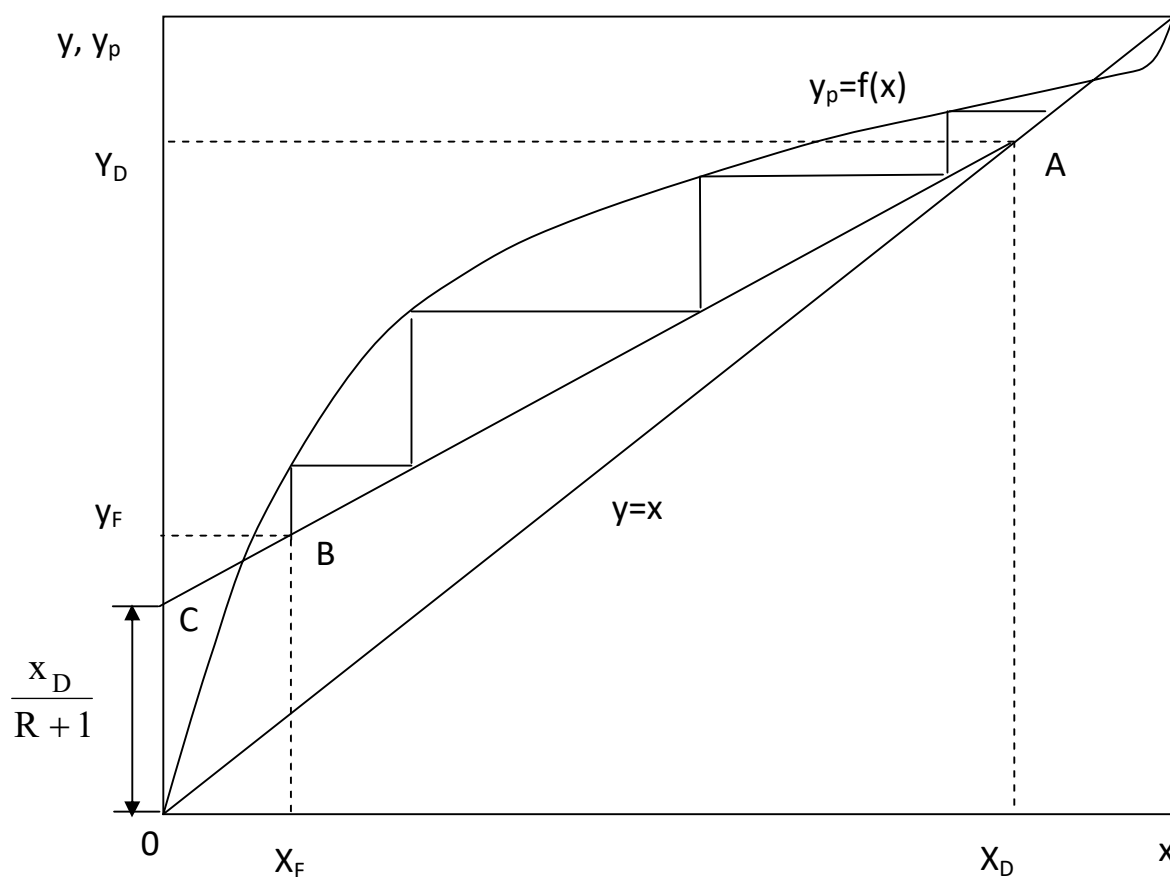


Рис. 15. Изображение процесса периодической ректификации на диаграмме составов

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

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.

11. Путем графических построений определяется число теоретических тарелок, как число ступеней изменения концентрации, расположенных между рабочей и равновесной линиями.

12. Рассчитываем средний КПД тарелок:

$$\eta_T = n_T / n_D, \quad (8)$$

где n_T , n_D – число теоретических и действительных тарелок.

13. Находим молекулярную массу дистиллята

$$M_D = x_D M_{ЛЛК} + (1 - x_D) M_{ТЛК}. \quad (9)$$

14. Определяем мольный расход пара в колонне

$$G = G_D (R + 1) / M_D. \quad (10)$$

15. Рассчитываем число молей ЛЛК, перешедшего из жидкой фазы в паровую за единицу времени

$$M = G(y_D - y_F) \text{ кмоль/с}, \quad (11)$$

где $y_F = (R \cdot x_F + x_D) / (R + 1)$ – мольная доля ЛЛК в паре, поступающем в колонну.

16. Определяем число единиц переноса по паровой фазе

$$n_y = \int_{y_F}^{y_D} \frac{dy}{y_p - y} \quad (12)$$

Число единиц переноса 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. 16,а).

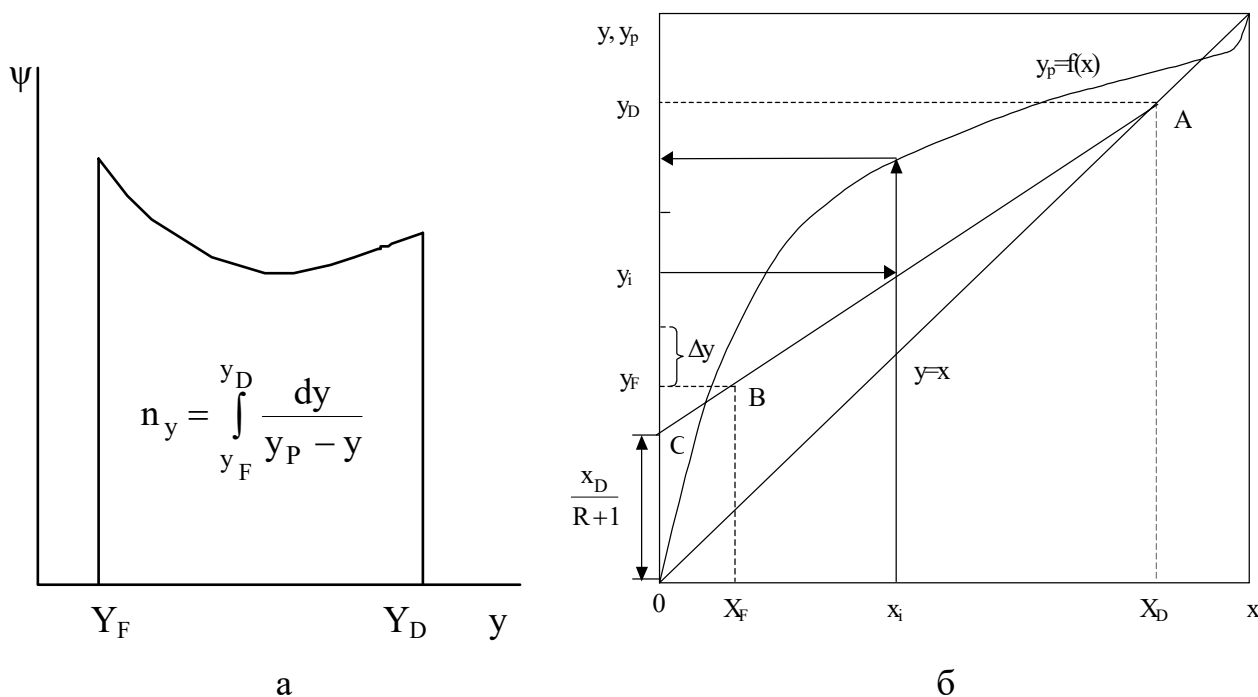


Рис. 16. Определение числа единиц переноса графическим путем

При построении этого графика на диаграмме $y(y_p)$ - x наносятся равновесная и рабочая линии (рис. 16,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. 16,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

$$\psi_i = \frac{1}{y_{pi} - y_i}. \text{ Определенные графически величины сводим в табл. 2.}$$

Таблица 2. Числовые данные

№ 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:

$$n_y \approx \frac{\Delta y}{2} (\psi_1 + 2\psi_2 + 2\psi_3 + \dots + 2\psi_{n-1} + \psi_n). \quad (13)$$

17. Рассчитываем среднюю движущую силу процесса по выражению

$$\Delta y_{cp} = \frac{y_D - y_F}{\int_{y_F}^{y_D} \frac{dy}{y_p - y}} = \frac{y_D - y_F}{n_y}. \quad (14)$$

18. Определяем коэффициент массопередачи K_{yF} по опытным данным:

$$K_{yF} = \frac{M}{F \Delta y_{cp}}, \quad (15)$$

где $F = 0,785 d^2 \cdot n_d$ – суммарная площадь тарелок в колонне, d – внутренний диаметр колонны.

19. 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 х-у.
8. Флегмовое число и его влияние на работу ректификационной колонны.
9. Режимы работы ректификационной колонны периодического действия.
10. Устройство тарельчатой ректификационной колонны.
11. Конструкции тарелок с переточными устройствами.
12. Конструкции тарелок без переточных устройств.

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 паро- и водопроводов 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) использовавшиеся материалы и принадлежности.

СПИСОК БИБЛИОГРАФИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКОВ

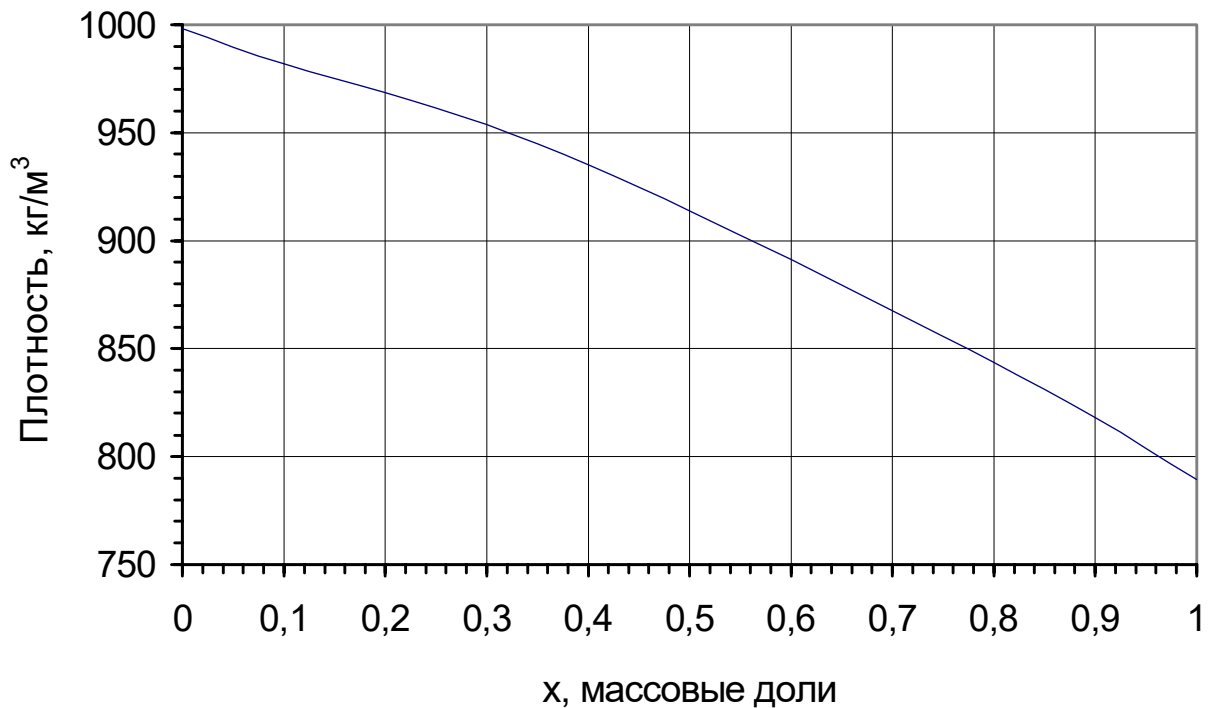
1. Общий курс процессов и аппаратов химической технологии: учебник для вузов: в 2 кн. / под общ. ред. В.Г. Айнштейна. – М. : Химия, 1999. – 869 с.
2. Гельперин, Н.И. Основные процессы и аппараты химической технологии. Кн.2. / Н.И. Гельперин. – М.: Химия, 1981. – 811 с.
3. Плановский, А.Н. Процессы и 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.

Приложение

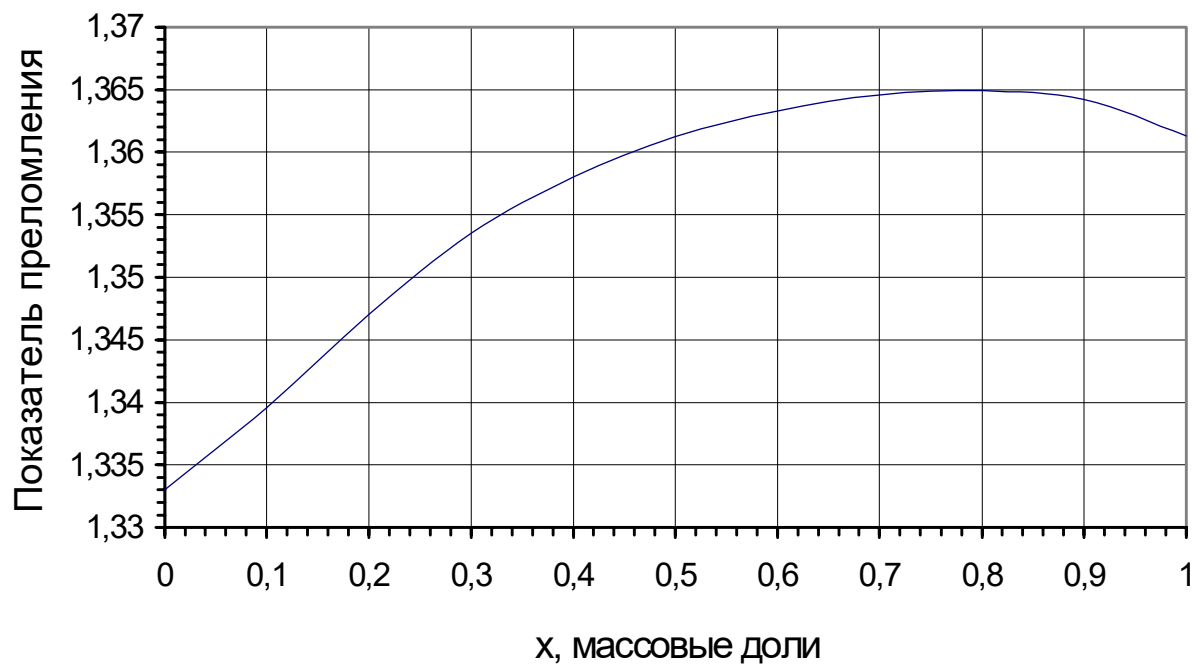
Таблица 1. Парожидкостное равновесие для системы этиловый спирт - вода

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 раствора этанола в воде от его концентрации при 20 °С



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



Составители:

Липин Александр Геннадьевич

Липин Андрей Александрович

Исследование процесса периодической
ректификации в тарельчатой колонне

Методические указания

Редактор В.Л. Родичева

Усл. печ. л. 2,09. Уч.-изд. л. – 2,32

ФГБОУ ВО «Ивановский государственный химико-технологический
университет»

153000, г. Иваново, пр. Шереметевский, 7