



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Самарский государственный технический университет»

**Кафедра химической технологии и промышленной экологии**

# **Ректификация бинарной смеси**

Методические указания к лабораторной работе



Самара 2019

Печатается по решению методического совета нефтетехнологического факультета

УДК 66(02)(07)  
ББК 33.11я73

**Ректификации бинарной смеси.** Метод. указ. к лабораторной работе. / Самар. гос. тех. ун-т; Сост. В.В. Филиппов. Самара, 2019. 36 с.

Методические указания предназначены для студентов химико-технологического, нефтетехнологического, инженерно-технологического факультетов, факультета пищевых производств, института заочного образования.

Рецензент к.т.н., доц. каф. «Машины и оборудование нефтегазовых и химических производств» Н.Г. Кац

© В.В. Филиппов, составление, 2019  
© Самарский государственный  
технический университет, 2019

## Немного истории

*«...Теперь я перехожу к искусству. Я начну с перегонки, изобретения последнего времени, поразительного дела, хвала которому выше сил человеческих; не той перегонки, которой пользуются невежественные и неумелые люди, — они применяют ее, но только портят и разрушают добро; но той перегонки, которую выполняют искусные мастера... Внимай, любящий учение и желающий раскрыть секреты природы, проникнуть в них! Невежде никогда не познать искусства перегонки!».*

Так писал в своей книге «Начала натуральной магии» знаменитый итальянский алхимик Делла Порта, живший на рубеже XVI и XVII веков.

И действительно, в 1589 г. процесс, которым сейчас владеет любой студент-химик, можно было считать искусством. Теории не существовало. Франсуа Мари Рауль еще не установил связь между парциальным давлением компонента и его мольной долей в жидкости. И профессор Санкт-Петербургского университета Дмитрий Петрович Коновалов тоже ещё не сформулировал свои законы, названные впоследствии его именем, и не создал теорию перегонки жидких смесей.

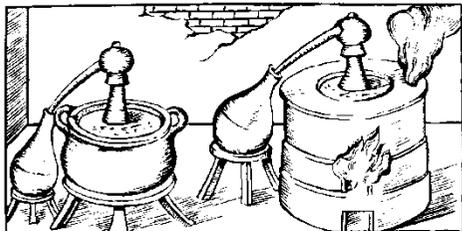


**Франсуа Мари Рауль**  
(10.05.1830-01.04.1901)



**Дмитрий Петрович Коновалов**  
(22.03.1856-06.01.1929)

Процесс перегонки, которую можно считать «бабушкой» современной ректификации<sup>1</sup>, имеет весьма солидный возраст. Древние греки умели отделять от вина спирт – *spiritus vini* – дух вина. В Поднебесной тоже были знакомы со спиртом, а значит, были знакомы с перегонкой.



Так перегоняли средневековые алхимики



А так выглядит современная ректификационная установка

Появление и развитие перегонки было связано с производством спирта и крепких алкогольных напитков. На рис. 1 показана принципиальная схема процесса *простой* или, как её ещё называют, *фракционной*, перегонки. Исходная смесь (сырьё) загружается в перегонный куб и нагревается до *температуры начала кипения*  $t_{нк}$ . Образующиеся пары поступают в конденсатор-холодильник, где переходят в жидкое состояние, а затем охлаждаются. Образовавшийся *дистиллят* собирается порциями (*фракциями*) в сборники. Для квалифицированного управления процессом в куб вмонтирован термометр, с помощью которого можно отбирать фракции с заданными температурами кипения. После завершения процесса в кубе остаётся продукт, который называют *кубовым остатком* или *кубовой жидкостью*. Итак, продуктами процесса простой перегонки являются дистиллят и кубовый остаток.

---

<sup>1</sup> **Ректификация** - от латинского *rectificatio* - выпрямление, исправление.

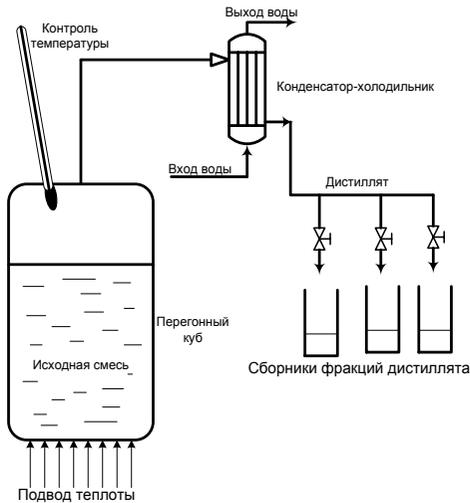


Рис. 1. Схема установка для простой (фракционной) перегонки

## Немного теории

Прежде чем рассматривать теорию перегонки и ректификации введём определения и обозначения.

В целях упрощения будем рассматривать разделение двух-компонентной (бинарной) смеси. Из двух компонентов один будет иметь меньшую температуру кипения и, следовательно, большее давление пара. Его мы назовём низкокипящим компонентом (НКК) и присвоим ему номер 1. Второй компонент, температура кипения которого выше, а давление пара меньше, назовём высококипящим компонентом (ВКК) и присвоим ему номер 2.

Состав бинарной смеси будем выражать в молярных долях НКК и обозначать через  $x$  его концентрацию в жидкой фазе, а через  $y$  – концентрацию в паровой фазе. Понятно, что концентрация второго компонента, ВКК, в жидкой фазе будет  $(1-x)$ , а в паровой –  $(1-y)$ .

Количество взятой на разделение смеси обозначим  $F$ , количество полученного дистиллята  $D$ , количество кубового остатка  $W$ .

Концентрацию НКК в исходной смеси обозначим  $x_F$ , его концентрацию в общем количестве полученного дистиллята  $x_D$ , а в кубовом остатке –  $x_W$ .

Теперь нам необходимо вспомнить раздел физической химии, посвящённый равновесию между жидкостью и паром в бинарных системах (смесях).

В 1882 г. уже упоминавшийся нами французский физик и химик Франсуа Мари Рауль установил зависимость парциального давления компонента над раствором от его концентрации в жидкой фазе. Эта зависимость известна сегодня как закон Рауля.

Системы, которые подчиняются закону Рауля, называют *идеальными*. К ним можно отнести смеси, образованные изомерами или гомологами, т.е. веществами одного класса. Например, нефть и её фракции (бензиновая, керосиновая и т.д.) неплохо описываются законом Рауля. Для таких смесей параметры равновесия (температуры, составы фаз) можно рассчитать.

Иначе обстоит дело со смесями компонентов, которые склонны к специфическим взаимодействиям. А смеси, содержащие воду, вообще ведут себя непредсказуемо. Такие смеси называют *неидеальными*. Они могут показывать положительные отклонения от закона Рауля (фактическое давление пара оказывается больше теоретического), отрицательные (давление пара меньше теоретического) и знакопеременные. Рассчитать параметры равновесия для таких смесей нельзя, приходится обращаться к справочникам с экспериментальными данными [7].

Из всего многообразия неидеальных систем следует выделить наиболее сложные смеси, которые называют **азеотропными** (от греч. *a* – приставка, означающая отрицание или отсутствие чего-либо, *zeo* – киплю и *trope* – поворот, изменение) или **нераздельно-кипящие**. В современном понимании термин «азеотропная смесь» означает такую жидкую смесь, при кипении которой образуется пар того же состава, что и кипящая жидкость. А разделение жидких смесей перегонкой основано как раз на отличии состава образующегося пара от состава исходной кипящей смеси. Следовательно, разделение азеотропных смесей перегонкой невозможно.

На рис. 2 показана классификация жидких смесей с точки зрения равновесия между жидкостью и паром.



Рис. 2. Классификация жидких смесей по их подчинению закону Рауля

В нашей лабораторной работе мы изучаем разделение смеси этилового спирта и воды, которая относится к классу азеотропных.

Теперь посмотрим на график зависимости температур кипения и конденсации (график изобар), рис. 3.

Итак, взятая исходная смесь в количестве  $F$  и с концентрацией НКК  $x_F$  нагревается до температуры кипения  $t_{НК}$ . При кипении образуется пар состава  $y_D$ , который после конденсации превращается в жидкий дистиллят с концентрацией НКК  $x_D$ . По мере проведения процесса перегонки исходный раствор будет обедняться НКК, так как тот переходит в дистиллят. Поэтому точка М на линии кипения начнёт перемещаться (*мигрировать*) вверх и влево, температура кипения будет расти. Вслед за точкой состава кипящей жидкости М будет перемещаться точка состава пара. Концентрация НКК в нём будет уменьшаться.

Для простой перегонки можно записать два уравнения материального баланса, которые будут справедливы и для процесса ректификации:

- материальный баланс по всему сырью

$$F = D + W; \quad (1)$$

- материальный баланс по низкокипящему компоненту

$$Fx_F = Dx_D + Wx_W. \quad (2)$$

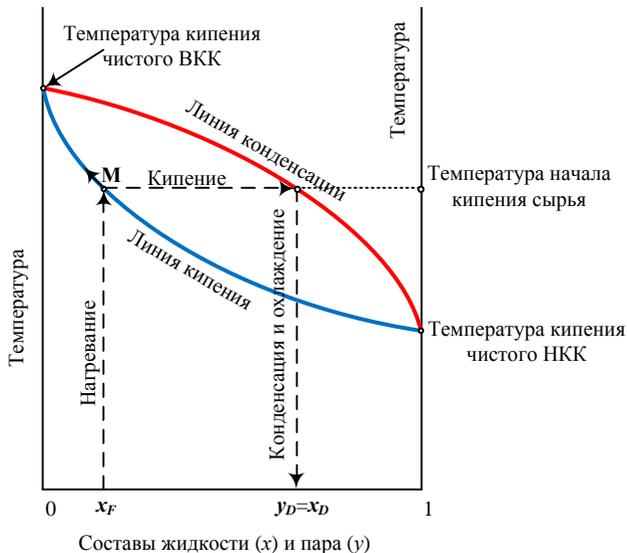


Рис. 3. Иллюстрация процесса простой перегонки на графике температур кипения и конденсации

Согласно уравнению (1) всё взятое в процесс сырьё разделилось на дистиллят и кубовый остаток.

Согласно уравнению (2) весь низкокипящий компонент после проведения процесса разделился на две неравные части: основное его количество перешло в дистиллят и немного осталось в кубовой жидкости.

Простая перегонка не позволяет получить в дистилляте концентрацию НКК больше, чем это предписывается равновесием между жидкостью и паром (рис. 3). История умалчивает о том, кто впервые попытался «обмануть» закон и получить более крепкий дистиллят. Зато мы совершенно точно знаем, что для этих целей потребуется установка, показанная на рис. 4.

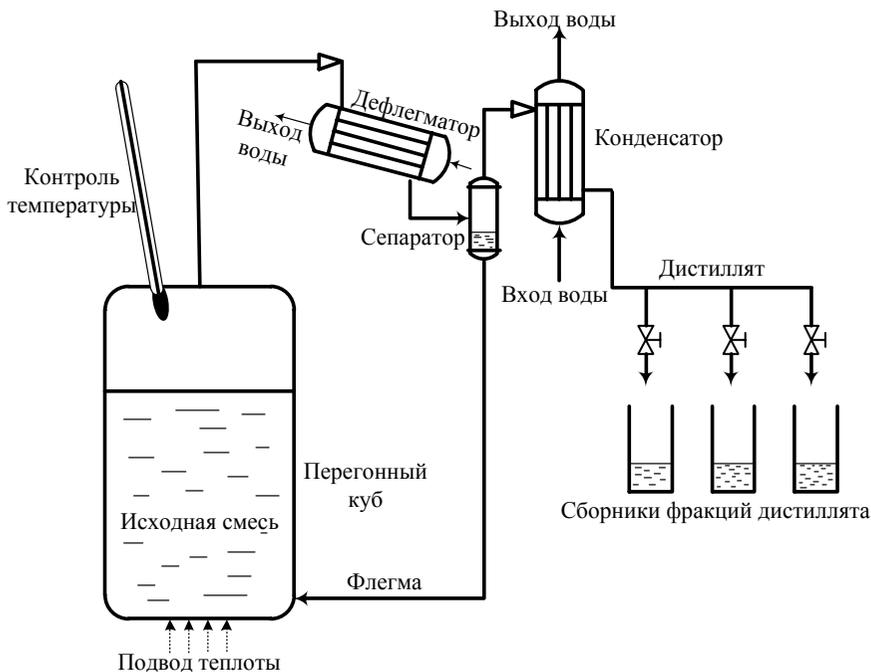


Рис. 4. Схема установки перегонки с дефлегмацией

Эта установка принципиально отличается от предыдущей: в ней появился новый аппарат – **дефлегматор** и новый поток – поток **флегмы**<sup>2</sup>.

Принцип работы такой модернизированной установки заключается в следующем. Как и при простой перегонке, исходная смесь доводится до кипения. Образующийся пар поступает теперь не в обычный конденсатор, а специальный аппарат – дефлегматор. В дефлегматоре происходит **частичная** конденсация пара. Процесс, происходящий при этом, показан на рис. 5.

В результате из дефлегматора выходит парожидкостная смесь, которая поступает в сепаратор, предназначенный для отделения образовавшейся жидкой фазы от пара. Эта жидкая фаза (флегма) возвращается в перегонный куб. Самое же главное, что в

<sup>2</sup> От греческого *phlegma* – **жидкость**. В современном техническом толковании – часть дистиллята, возвращаемая в процесс перегонки (ректификации).

составе нового пара концентрация низкокипящего компонента стала существенно больше, чем при простой перегонке (рис. 5).

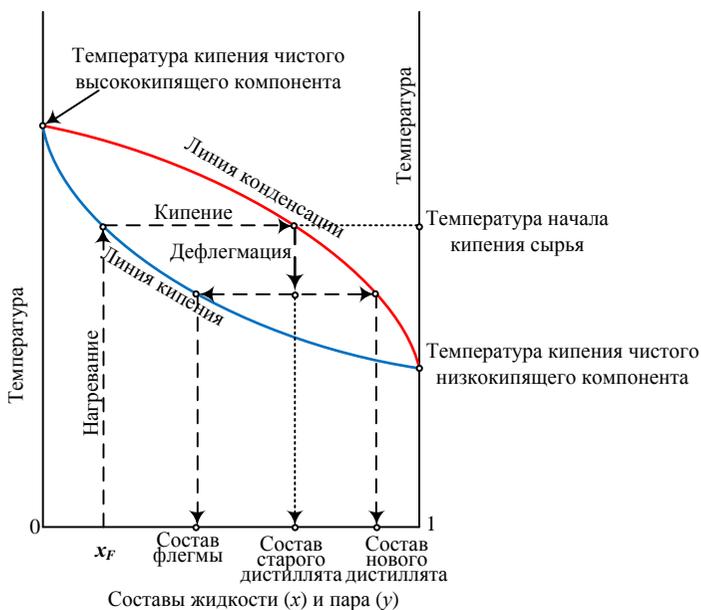


Рис. 5. Иллюстрация процесса перегонки с дефлегмацией

Поставленная цель – получения более концентрированного дистиллята – достигнута. Однако улучшение качества дистиллята потребует дополнительных затрат. Поток флегмы циркулирует по замкнутому контуру: перегонный куб → дефлегматор → перегонный куб. Для перевода флегмы в пар требуется подвод тепловой энергии, а для конденсации пара в дефлегматоре потребуются отвод теплоты, т.е. дополнительный расход хладагента. Таким образом, улучшение качества дистиллята потребовало, помимо усложнения конструкции установки, дополнительных затрат на подвод и отвод теплоты. Это энергетические затраты, которые включаются в общие эксплуатационные затраты.

В теории процесса вводится очень важное понятие – **флегмовое число  $R$**

**Флегмовое число показывает отношение количества возвращаемой в аппарат флегмы к количеству отбираемого дистиллята**

$$R = \frac{\Phi}{D}. \quad (3)$$

От значения флегмового числа зависит как качество получаемого продукта, так и энергетические затраты на его получение. Можно строго доказать, что чем больше флегмовое число, т.е. чем больше возвращается в аппарат флегмы на единицу отбираемого дистиллята, тем чище будет получаться товарный продукт. Но энергетические затраты при этом будут также возрастать.

И простая перегонка (рис. 1), и перегонка с дефлегмацией (рис. 4) не позволяют выделять чистые НКК и ВКК. Полученные дистиллят и остаток надо снова и снова подвергать перегонке. Это потребует затрат времени и энергии, увеличит потери целевого продукта. Поэтому в промышленности для разделения жидких смесей на чистые компоненты применяется процесс **ректификации**.

## **Ректификация**

За прошедшие столетия довольно простой с современной точки зрения процесс перегонки превратился в сложный процесс – ректификацию.

Ректификация – это тепломассообменный процесс, применяемый для разделения жидких смесей, компоненты которых различаются по температурам кипения. Процесс осуществляется при контакте потоков пара и жидкости. Этот контакт происходит в специальных колонных аппаратах – ректификационных колоннах (рис. б). Поток пара создается в выносном кипятильнике ректификационной установки. Поток жидкости (флегмы или **орошения**) организуется за счет конденсации уходящего с верха колонны пара в конденсаторе. Взаимодействие потоков осуществляется на специальных контактных устройствах, размещенных по высоте ректификационной колонны. В качестве контактных устройств могут использоваться или так называемые **тарелки** (ступенчатый контакт), или фигурный материал – **насадка**.

Ректификационная колонна – это противоточный колонный аппарат, в котором по всей его высоте реализуется процесс тепло-массообмена между стекающей вниз флегмой (жидкостью) и поднимающимся вверх паром, причём температура пара на  $0,5-2^{\circ}\text{C}$  выше температуры жидкости. Процесс теплообмена заключается в непрерывном обмене теплотой и компонентами между жидкой и паровой фазами. Жидкая фаза обогащается более высококипящим компонентом, а паровая фаза – более низкокипящим, т.е. из пара в жидкость уходит ВКК, а из жидкости испаряется НКК и переходит в пар. В результате пар, дойдя до верха, превращается в практически чистый НКК, а жидкость, дойдя до низа, в почти чистый ВКК. Движущей силой этого обмена является стремление жидкой и паровой фаз к их равновесному состоянию<sup>3</sup>.

Схема взаимодействия потоков до достижения «одноразового» равновесного состояния известна как «**теоретическая тарелка**» (историческое название, связанное с конструкцией контактного устройства в виде тарелки), однако точнее суть процесса определяется термином «**теоретическая ступень контакта**».

Для проведения процесса ректификации можно рассчитать число теоретических ступеней контакта (теоретических тарелок), на каждой из которых реализуется равновесное состояние фаз. В реальных условиях равновесие на тарелке никогда не достигается, потоки имеют разные температуры, а их составы не соответствуют условиям равновесия. Поэтому для проведения процесса ректификации потребуется большее число ступеней контакта, чем теоретическое.

Мерой совершенства созданного инженерами контактного устройства, т.е. **реальной тарелки**, является степень отличия состояний пара и жидкости после их взаимодействия от возможного, теоретически достижимого, равновесного состояния. Эта степень отличия характеризуется **коэффициентом полезного действия (КПД)** контактного устройства  $\eta$ . Его величина определяет совершенство созданного контактного устройства, а значит, и эффективность работы всей ректификационной колонны.

---

<sup>3</sup> Равновесным состоянием фаз называется такое их сосуществование, при котором во времени не происходит никаких видимых качественных или количественных изменений этих фаз.

Средний КПД контактного устройства определяется как отношение числа теоретических ступеней к фактическому числу ступеней в колонне.

Коэффициент полезного действия тарелки зависит от многих факторов – скорости потоков контактирующих фаз, физических свойств системы и т. д. Однако определяющую роль играют скорости потоков относительно границы раздела фаз и площадь поверхности этой границы. Чем ближе эти скорости к турбулентному течению и чем больше поверхность контакта, тем интенсивнее проходит процесс тепломассообмена. В результате составы покидающих тарелку жидкости и пара приближаются к равновесным. Но само равновесие при этом не достигается!

Число контактных устройств в колонне может достигать нескольких десятков.

На рис. 6 показана принципиальная схема промышленной ректификационной установки. Основными элементами установки являются колонна К-1, конденсатор<sup>4</sup> Т-2 и кипятильник Т-4.

Продуктами процесса ректификации являются дистиллят (верхний продукт) и кубовый остаток (нижний продукт). В лабораторной работе разделяется смесь этилового спирта и воды. В качестве дистиллята при этом будет отбираться концентрированный спирт.

С верха колонны уходит пар  $G$ , который поступает в конденсатор, переходит в жидкую фазу и делится на два потока: отводящийся с установки дистиллят  $D$ , который является товарным продуктом, и флегму  $\Phi$ , которая возвращается обратно в колонну и создаёт в ней поток жидкого орошения

$$G = D + \Phi . \quad (4)$$

Чтобы создать поток стекающей по колонне флегмы, необходимо сначала создать поток пара, т.е. испарить жидкость в кипятильнике. На это затрачивается тепловая энергия. Затем пар надо сконденсировать и превратить во флегму. Для этого подведённую

---

<sup>4</sup> На производстве конденсатор часто называют дефлегматором, что не совсем верно. В дефлегматоре конденсируется только та часть пара, которая вернётся в колонну в виде орошения (флегмы).

теплоту надо отвести в конденсаторе (дефлегматоре). Таким образом, циркулирующая по установке флегма является энергетической платой за разделение жидкостей на чистые компоненты. Поэтому вполне понятно желание уменьшить эту плату, уменьшить расход возвращаемой в колонну флегмы. На с. 11 было сказано, что для количественной оценки соотношения потоков возвращаемой флегмы и получаемого дистиллята вводится понятие флегмового числа  $R$ , которое равно отношению расходов флегмы и дистиллята (см. уравнение (3)).

Возвращать обратно в колонну только что полученный товарный продукт прямо скажем жалко. Поэтому возникает мысль как-то сэкономить на флегме, уменьшить её. И это можно сделать, но только до определённого предела. В теории ректификации [1] строго доказывается, что нижним пределом флегмового числа  $R$  (а значит и потока флегмы) является **минимальное флегмовое число**  $R_{min}$ , которое находится из соотношения

$$R_{min} = \frac{x_D - y_F^*}{y_F^* - x_F}, \quad (5)$$

где  $x_D$  – состав дистиллята,  $y_F^*$  – состав пара, равновесный с составом питания (см. рис. 7),  $x_F$  – состав питания.

Но с таким минимальным расходом орошения работать нельзя – колонна получится бесконечно большой высоты, с бесконечно большим числом контактных устройств. Минимальное флегмовое число – это в некотором смысле абстрактная величина. Поэтому на практике принимают **рабочее** флегмовое число, которое несколько больше минимального. Выбор этой величины определяется технико-экономическими расчётами. Для характеристики превышения рабочего флегмового числа над минимальным вводится коэффициент избытка флегмы  $\varphi$

$$\varphi = \frac{R}{R_{min}}. \quad (6)$$

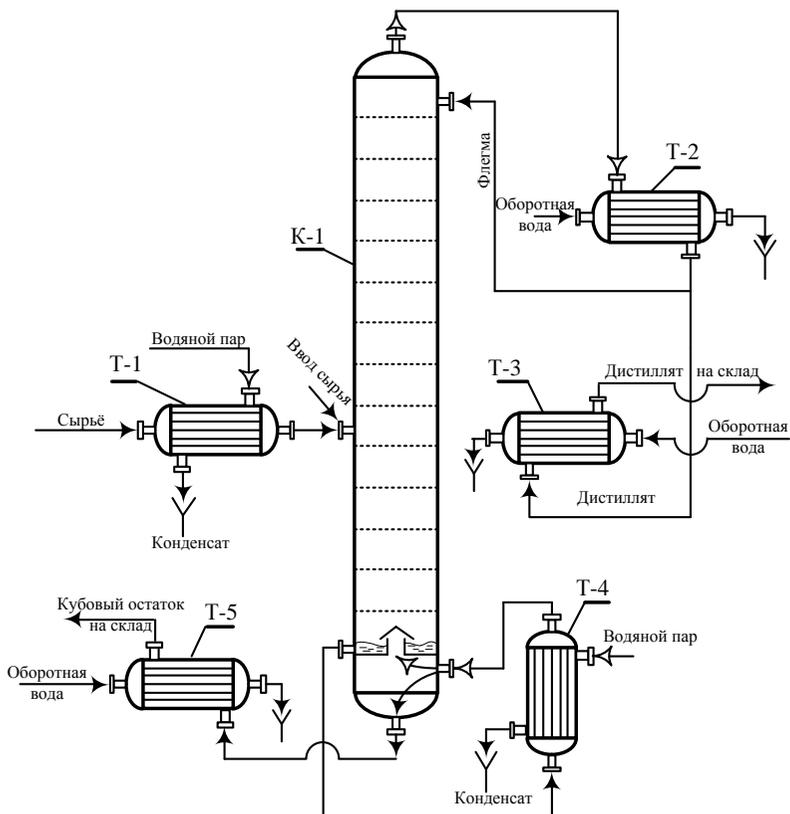


Рис. 6. Принципиальная схема ректификационной установки: Т-1 – подогреватель сырья; К-1 – ректификационная колонна; Т-2 – конденсатор (дефлегматор); Т-3 – холодильник дистиллята; Т-4 – вертикальный термосифонный кипятыльник; Т-5 – холодильник кубового остатка.

Если на работающей колонне уменьшить подачу флегмы, то это вызовет уменьшение концентрации низкокипящего компонента в дистилляте  $x_D$  (ухудшение состава дистиллята). И наоборот, увеличение флегмового числа приведёт к получению более чистого верхнего продукта. Контроль состава дистиллята можно вести по изменению температуры верха колонны: если температура увеличивается, то в дистилляте содержание низкокипящего компонента падает, а если температура снижается, то его концентрация увели-

чивается. Именно такой способ контроля используется в данной лабораторной работе.

Жидкая флегма может возвращаться в колонну или при температуре верха (**горячее орошение**), или специально охлаждённая значительно ниже температуры верха (**холодное орошение**). Во втором случае на верхней тарелке происходит образование дополнительного потока флегмы за счёт конденсации части поднимающегося по колонне пара.

### **Уравнение рабочей линии. Число теоретических тарелок. Коэффициент полезного действия реальной тарелки**

И поднимающийся по колонне пар, и стекающая флегма изменяют свой состав: пар обогащается низкокипящим компонентом, а жидкость – высококипящим. Но при этом между составами поднимающегося пара  $y$  и стекающей жидкости  $x$  существует функциональная связь, которая описывается уравнениями рабочих линий.

**Рабочая линия является геометрическим местом точек составов фаз, контактирующих в любом сечении колонны.**

Точка ввода сырья (рис. б) делит колонну на две части – верхнюю и нижнюю. Эти части отличаются материальными потоками: к потоку флегмы, стекающей из верхней части в нижнюю, присоединяется поток питания. Поэтому уравнений рабочих линий будет два: для верхней и нижней частей колонны. В дальнейших расчётах будет использоваться уравнение рабочей линии верхней части, которое имеет вид

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1}, \quad (7)$$

где  $y$  и  $x$  – мольные доли компонента в паровой и жидкой фазах, встречающихся на любой тарелке колонны;  $R$  – флегмовое число;  $x_D$  – состав дистиллята.

Уравнение (7) является уравнением прямой вида  $y = Ax + B$ ;  $A$  – угловой коэффициент, равный тангенсу угла наклона  $\alpha$  рабочей линии к оси абсцисс

$$A = \operatorname{tg} \alpha = \frac{R}{R+1}, \quad (8)$$

а  $OB$  – отрезок, отсекаемый этой линией на оси ординат (рис. 7)

$$B = \frac{x_D}{R+1}. \quad (9)$$

Если проанализировать выражение (7), то нетрудно прийти к выводу, что:

- угловой коэффициент  $A$  и, следовательно, тангенс угла наклона рабочей линии всегда меньше единицы, но больше нуля:  $0 < A < 1$ . Это означает, что угол наклона рабочей линии  $\alpha$  всегда меньше  $45^\circ$ , но больше  $0^\circ$ . Напомним, что угол наклона диагонали квадрата (рис. 7) равен  $45^\circ$ , а тангенс  $45^\circ$  равен 1;
- рабочая линия верхней части колонны пересекает диагональ квадрата в точке  $a$ , абсцисса которой равна составу дистиллята  $x_D$ .
- отрезок  $B$ , отсекаемый на рабочей линии верхней части колонны на оси ординат, всегда больше нуля, но меньше единицы:  $0 < B < 1$ .

Также можно доказать, что рабочие линии верхней и нижней частей колонны пересекаются в точке  $b$ , абсцисса которой равна составу разделяемой смеси  $x_F$ .

Эти сведения используются при построении графика рабочей линии верхней части колонны.

Ранее были введены понятия теоретической тарелки (с. 12) и коэффициента полезного действия реальной тарелки (с. 13). Для определения числа теоретических тарелок  $n_T$  необходимо между рабочей и равновесной линиями вписать ступени изменения концентраций, как это показано на рис. 7 красной линией. Первая сту-

пень начинается из точки  $a$ . Число вписанных ступеней будет равно необходимому числу теоретических тарелок.

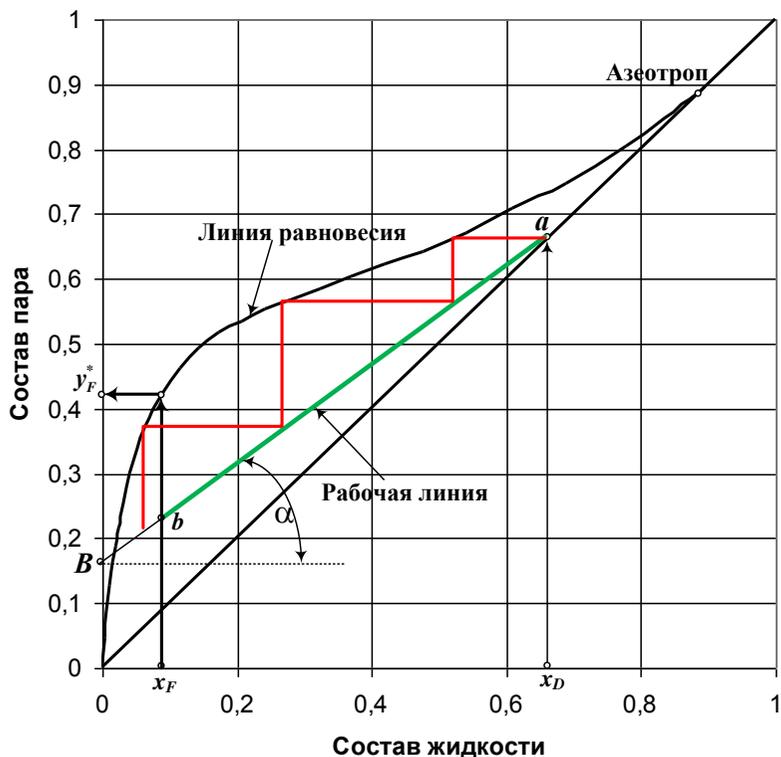


Рис. 7. Равновесная и рабочая ( $ab$ ) линии. Определение числа теоретических тарелок

Реальные тарелки имеют эффективность разделения ниже теоретических. Как уже отмечалось, для характеристики разделяющей способности действительных тарелок вводится понятие КПД тарелки  $\eta$ , который можно найти из соотношения

$$\eta = \frac{n_m}{n_d}, \quad (10)$$

где  $n_0$  – число действительных (фактических) тарелок в колонне.

В конденсаторе Т-2 (рис. 6) происходит передача теплоты от конденсирующегося пара к воде. Пар переходит в жидкую фазу, вода нагревается.

## Цель работы

Целью работы является изучение процесса ректификации.

Решаемые задачи:

1. Знакомство с устройством ректификационной установки.
2. Изучение принципов управления ректификационной установкой.
3. Приобретение навыков вывода установки на режим работы «на себя».
4. Вывод установки на рабочий режим.
5. Проведение ректификации смеси этилового спирта и воды.
6. Изучение работы клапанной тарелки.
7. Определение коэффициента полезного действия клапанной тарелки.

## Описание лабораторной установки

На рисунке 9 показаны внешний вид ректификационной установки и её основные элементы.

### Основные элементы установки:

1 – куб ёмкостью 60 литров, в который встроено три электрических нагревательных элемента (ТЭН – тепло-электро-нагреватель) мощностью 2 кВт каждый. Изменяя напряжение, подаваемое на ТЭНы, можно управлять их мощностью и тем самым регулировать поток пара по колонне. Максимальная мощность кипятильника – 6 кВт. В куб залита смесь воды и этилового спирта с концентрацией последнего примерно 5% масс. В куб также встроены датчики температуры и давления.

2 – ректификационная колонна с пятью клапанными тарелками. Секции колонны выполнены из стекла. Это позволяет наблю-

дать за движением потоков и работой клапанов. На тарелках установлены переливные трубы, по которым орошение (флегма) перетекает с одной тарелки на другую. Одиночный клапан показан на рис. 8.

3 – труба для отвода паров с верха колонны в конденсатор 5, на НПЗ её иногда называю **шлемовой трубой**.

4 – трубопровод для вывода воды из конденсатора 5. В него вмонтирован датчик температуры.

5 – конденсатор. В нём поступивший с верха колонны пар превращается в жидкость. Выделяющаяся при этом теплота снимается водой.

6 – трубопровод для ввода воды в конденсатор, в него также вмонтирован датчик температуры.

7 – шкаф управления установкой. В нём находятся контроллеры и преобразователи.

8 – ёмкость для сбора верхнего продукта. На НПЗ её называют **рефлюксной ёмкостью**.

9 – центробежный насос для откачки верхнего продукта.

10 – датчик расхода воды, поступающей в конденсатор.

11 – панель приборов: датчики расхода орошения и дистиллята, запорные клапаны орошения (флегмы) и дистиллята (рис. 11).

12 – монитор и компьютер. Предназначены для управления установкой в ручном режиме.

13 – винтовой зажим для регулирования расхода дистиллята.

14 – винтовой зажим для регулирования расхода орошения (флегмы).



Рис. 8. Внешний вид клапана и его заготовка



Рис. 9. Лабораторная ректификационная установка

Для сбора верхнего продукта используется стеклянная ёмкость (рис. 10).

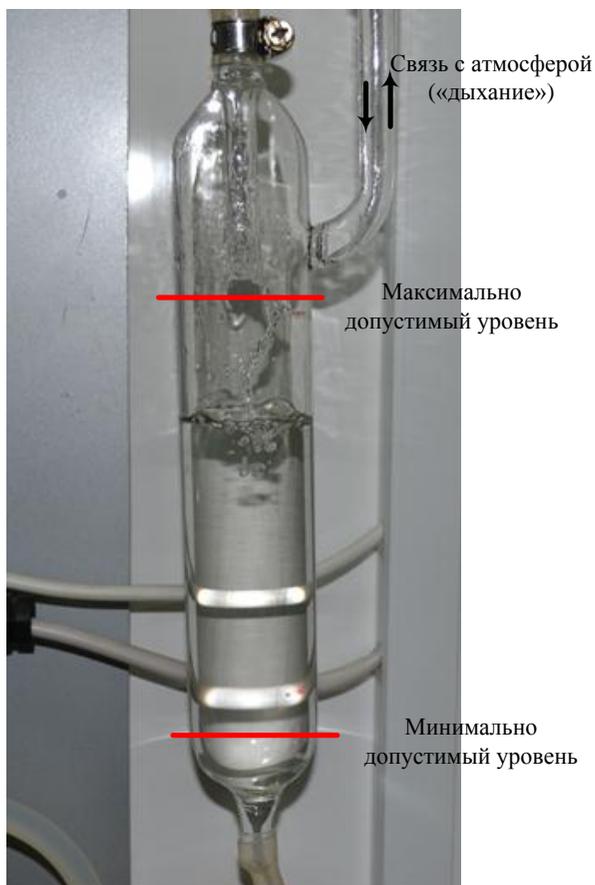


Рис.10. Ёмкость для сбора верхнего продукта

Ёмкость связана с атмосферой (так называемое «дыхание»), поэтому в колонне всегда поддерживается атмосферное давление. Если бы связи с атмосферой не было, то при нагреве куба колонны началось бы повышение давления. Это закончилось бы аварией.

Во время работы колонны необходимо постоянно следить за уровнем жидкости в ёмкости, не допуская как переполнения, так и опустошения. На рис. 10 показаны примерные максимальный и минимальный уровни жидкости.

Для измерения расходов орошения (флегмы) и дистиллята используются электронные измерители расходов 2 и 3 (рис. 11).

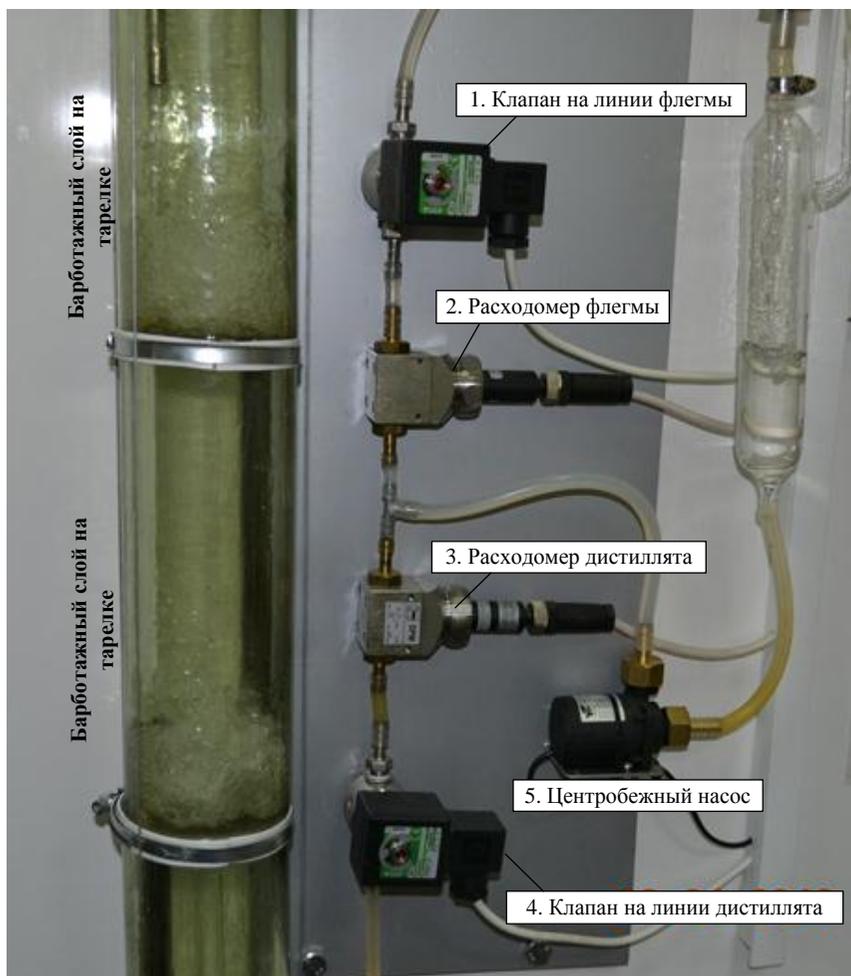


Рис.11. Приборы управления потоками

Для управления расходами потоков флегмы и дистиллята установлены регулирующие клапаны 1 и 4 (рис. 11). Однако они не выполняют своей регулирующей функции и работают только как **запорная** арматура – открывают или перекрывают поток. Для управления расходами мы применяем старые добрые винтовые зажимы (13 и 14 на рис. 9). Прimitивно, но эффективно.

## Руководство по управлению лабораторной установкой.

Общий вид главного окна программы (интерфейс) показан на рис. 12.

Основные элементы интерфейса:

1. управление мощностью ТЭНов, %;
2. давление в кубе колонны, кПа;
3. температура верха колонны, °С;
4. температура входящего орошения (флегмы), °С;
5. температура воды на входе в конденсатор, °С;
6. температура воды на выходе из конденсатора, °С;
7. область выбора режима;
8. расход воды на конденсатор, л/мин;
9. включение / выключение насоса;
10. расход орошения (флегмы), л/мин;
11. расход дистиллята, л/мин;
12. тепловая нагрузка на конденсатор, её значение получается из теплового баланса по значениям расхода воды и её температур на входе и выходе, кВт;
13. клапан на линии орошения, работает как запорная арматура, закрыт – 0%, открыт – 100%;
14. клапан на линии дистиллята, работает как запорная арматура, закрыт – 0%, открыт – 100%;
15. температура куба, °С;
16. блокировка ТЭНов. При снятии «галочки» на ТЭНы подаётся напряжение, величина которого зависит от заданного % в окне 1.

После запуска программы начинается опрос приборов. В ячейках показаний приборов PV (от англ. *Process Value* – текущее значение) появятся числовые значения параметров.

Управление мощностью ТЭНов и расходами орошения и дистиллята возможно в двух режимах: ручном и автоматическом (позиция 7 на рис. 12). По умолчанию установлен **ручной режим** (автоматический не функционирует).

В ручном режиме происходит непосредственное управление исполнительными механизмами – мощность ТЭНов, расходы флегмы и дистиллята с помощью винтовых зажимов.

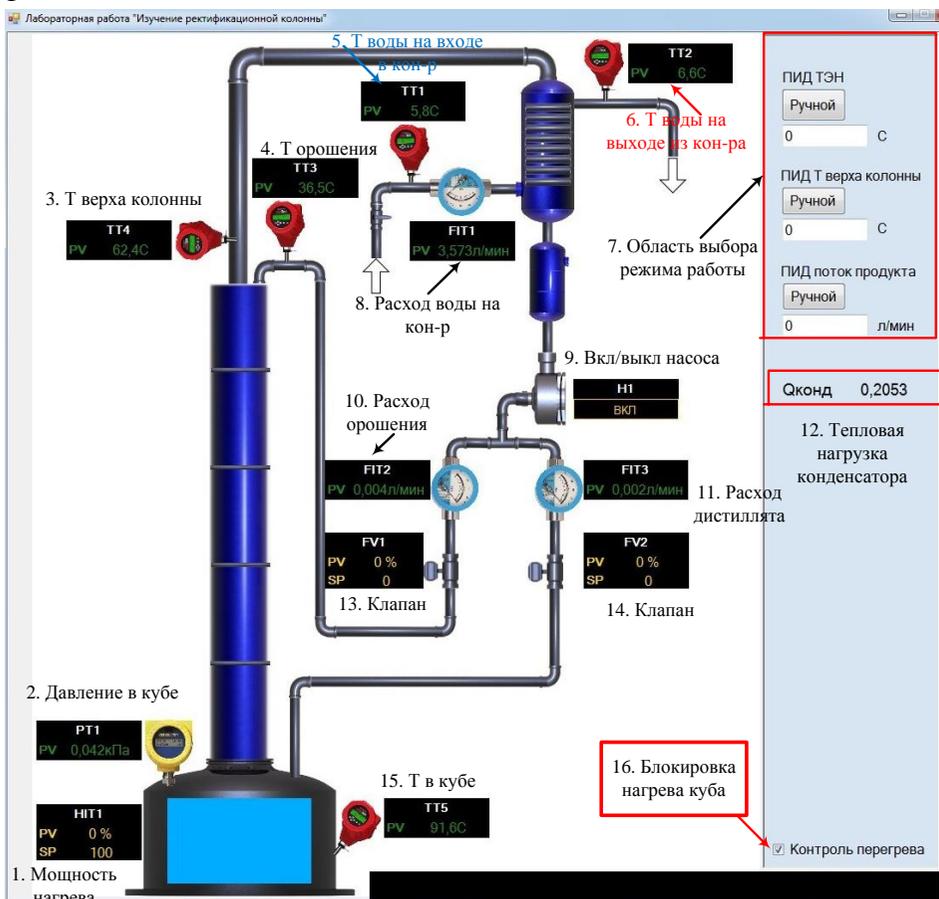


Рис. 12. Интерфейс программы управления ректификационной установкой

Для управления мощностью ТЭНов в строке задания SP (от англ. *Setpoint* – задание) устанавливается значение желаемой величины от 0 до 100%. Максимальной мощности 6 кВт соответствует 100% в строке SP.

Клапаны 13 и 14 имеют нормально закрытое состояние. Это

означает, что по умолчанию линии орошения и дистиллята перекрыты. Напоминаем, что клапаны работают только в двух режимах: закрыт – 0%, открыт 100%.

## **Порядок выполнения лабораторной работы**

Работа состоит из двух этапов: вывод установки на режим работы без отбора дистиллята (**работа «на себя»**) и проведение процесса ректификации с отбором дистиллята.

### **Подготовка и пуск ректификационной установки**

Лабораторная установка является упрощённой копией заводской ректификационной установки и требует знания принципов управления ею и, самое главное, **постоянного внимания и быстроты принятия решений**.

Исходная смесь этилового спирта и воды с концентрацией спирта около 5% (масс.) в количестве примерно 60 литров загружена в куб-испаритель 1.

**Подготовка установки к работе.** К работе ректификационная установка готовится персоналом лаборатории. На нагревательные элементы (ТЭНы) подана максимальная мощность 6 кВт (100 %) (окно 1 на рис. 12). На конденсатор подана вода, расход которой отображается в окне 8 (рис. 12). Так как пар в конденсатор пока не поступает (нет кипения в кубе), температуры воды на входе (окно 5) и на выходе (окно 6) одинаковы.

Для предотвращения самопроизвольного неконтролируемого кипения жидкости в кубе колонны предусмотрена опция «Контроль перегрева» (окно 16 рис. 12). Если в окне установлена «галочка», то куб колонны нагревается до температуры 90°C и отключается. По мере понижения температуры на ТЭНы снова подаётся напряже-

ние, куб снова нагревается до 90°C. И так до тех пор, пока не будет дана команда начала работы.

**Пуск установки.** Для пуска установки необходимо убрать «галочку» «Контроль перегрева» (окно 16 на рис. 12). **Теперь оставлять установку без присмотра запрещено!**

После снятия «галочки» в окне 16 жидкость в кубе начинает кипеть. Образующийся пар поднимается по колонне. Так как колонна холодная, пар конденсируется на стенках колонны, образуя жидкую фазу. Появляется характерный звук – это начинают стучать клапаны тарелок.

Очень быстро пар доходит до конденсатора 5 и начинает в нём конденсироваться. Образующаяся жидкость стекает в ёмкость верхнего продукта (рис. 10). Наступает самый ответственный момент в управлении установкой – поддержания уровня в ёмкости. На заводе этот уровень контролируется автоматически с помощью специального датчика уровня. В нашей лабораторной установке уровень поддерживается студентами вручную. Следует помнить, что ёмкость заполняется очень быстро, менее чем за минуту.

При заполнении ёмкости верхнего продукта примерно до половины необходимо включить насос. Для этого надо нажать кнопку включения на интерфейсе программы (окно 9 на рис. 12). Насос включился, но откачивать жидкость ему некуда – клапаны управления расходами орошения (флегмы) и дистиллята закрыты (окна 13 и 14 на рис. 12). Поэтому **сразу после пуска насоса** необходимо открыть клапан 13 на линии орошения, установив SP 100% (максимально открытие). В окне 10 появится значение расхода орошения. Уровень в ёмкости начнёт снижаться.

На верхнюю тарелку колонны начинает поступать орошение (флегма). Колонна постепенно выходит на режим работы «на себя». В этом режиме весь сконденсированный верхний продукт возвращается на орошение. На тарелках формируется **барботажный слой**

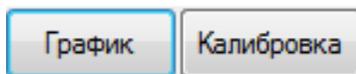
(рис. 11). Начинается массообмен: поднимающийся пар обогащается этиловым спиртом, а стекающая вниз жидкость водой. Температура верха колонны начинает понижаться (окно 3 рис. 12 и рис. 15). При этом надо постоянно следить за уровнем жидкости в ёмкости верхнего продукта 8. Если уровень растёт, то надо уменьшить мощность ТЭНов или увеличить расход орошения, ещё больше открыть винтовой зажим 14 (рис.9). Если же уровень жидкости падает, то следует увеличить мощность ТЭНов или прижать винтовой зажим 14.

Неконтролируемые повышение и понижение уровня жидкости приведут к развитию аварийной ситуации. При переполнении ёмкости 8 жидкость начнёт выбрасываться из неё через трубку связи с атмосферой. А при осушении ёмкости 8 насос 9 останется без жидкости и сгорит (так называемый «сухой ход»). Следует помнить, что можно мгновенно отключить установку, поставив «галочку» в окне 16 «Контроль перегрева». Затем следует отключить насос 9.

**Что конкретно предпринять в той или иной ситуации – решает сам студент!**

### **Режим работы колонны «на себя»**

Первая задача – добиться установившегося режима работы установки. В этом режиме все параметры установки не должны меняться во времени. Уровень верхнего продукта в ёмкости должен оставаться примерно постоянным. Температура верха колонны (окно 3 на рис. 12) должна принять минимальное значение и стабилизироваться. Для наблюдения за графиком изменения температуры верха необходимо нажать левой кнопкой мыши на строку PV. Появится окно дополнительного выбора, изображенное на рис. 13.



При нажатии на окно «График» откроется график изменения температуры во времени (рис. 14).

Нажав правой кнопкой мыши, выбираем опцию «Показать весь график» (рис. 15). Появится график температуры верха колонны с привязкой по времени (рис. 16). В левом верхнем углу графика увидим его имя – ТТ4. Разворачиваем график во весь экран и распечатываем, нажав на Print (рис. 15). Целесообразно также сохранить график, нажав Сохранить и вставив в программу Paint. Полученный файл помещаем в заранее созданную папку.

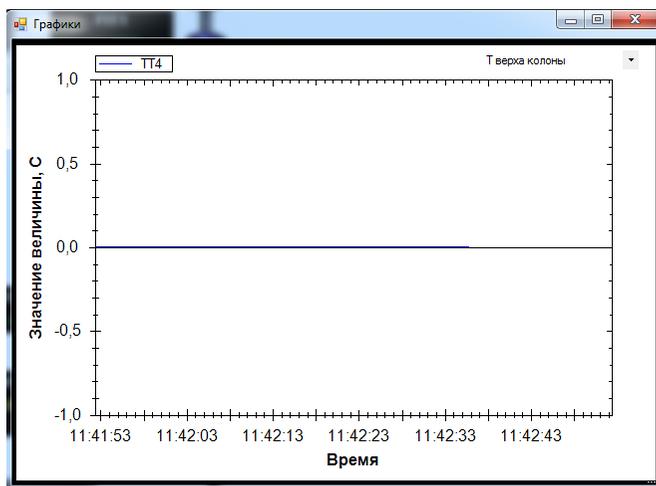


Рис. 14. График температуры верха колонны вызван

Постоянство температуры верха колонны свидетельствует о том, что установка вышла на установившийся режим работы. Для обработки и анализа результатов потребуются все параметры работы установки: температура верха, температура входящего в колонну орошения (флегмы), температуры и расход воды в конденсаторе,

расход орошения (флегмы), мощность ТЭНов, температура куба. Для их сохранения повторяем процедуру, описанную выше для температуры верха колонны. Кроме того, целесообразно сделать скриншот экрана и также распечатать и сохранить его в папке.

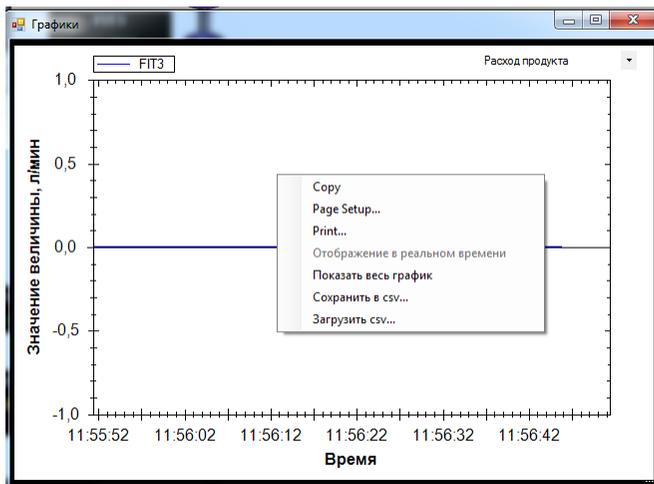


Рис. 15. Контекстное меню окна графиков

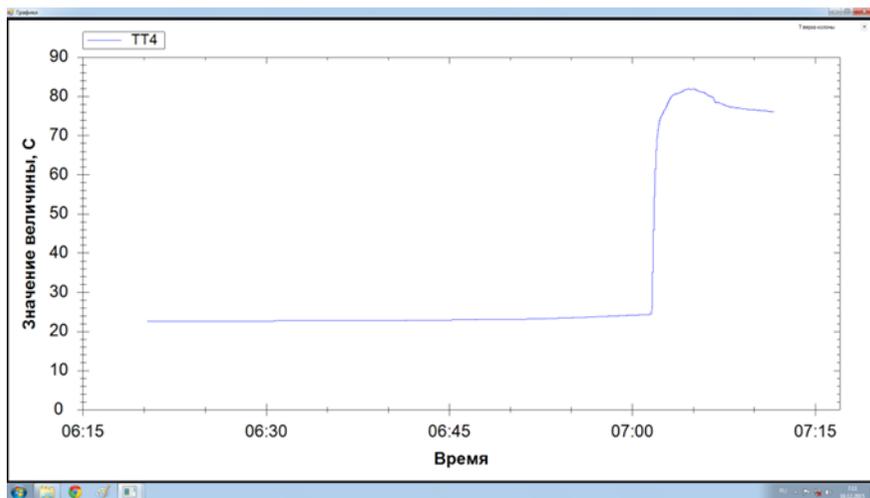


Рис. 16. График температуры верха колонны с привязкой

Всего должно быть распечатано и сохранено 9 графиков:

1. скриншот экрана (интерфейса программы);
2. мощность ТЭНов НІТ1 (окно 1), %;
3. температура верха колонны ТТ4 (окно 3);
4. температура орошения ТТ3 (окно 4);
5. температура воды на входе конденсатор ТТ1 (окно 5);
6. температура воды на выходе из конденсатора ТТ2 (окно 6);
7. расход воды FІТ1 (окно 8);
8. расход орошения FІТ2 (окно 10);
9. температура куба ТТ5 (окно 15).

Теперь можно начинать вывод установки на рабочий режим.

### **Вывод установки на рабочий режим**

После того, как колонна вышла на установившийся режим работы, можно начинать отбор дистиллята. Для этого открываем клапан на линии дистиллята 14 (рис. 12), установив на нём значение 100%. Если мощность ТЭНов была ниже 100%, рекомендуется выйти на максимальную мощность. Для управления расходом дистиллята на линии его возврата в куб установлен винтовой зажим №13 (рис. 9). Численное значение расхода дистиллята отображается в окне 11 (рис. 12). Наблюдаем за уровнем жидкости в ёмкости верхнего продукта – он не должен меняться. Если уровень падает, с помощью зажима 13 уменьшаем расход дистиллята. А если уровень растёт – увеличиваем расход дистиллята.

Температура верха колонны начнёт расти. По значению температуры верха можно следить за составом дистиллята, используя равновесные данные (приведены на стенде и на стр. 37 методички). Например, если температура верха колонны 79,5°С, то это означает, что в паре содержится 85,8% масс. этанола. Чем ниже темпера-

тура верха колонны, тем больше в ней спирта, тем качественнее дистилят.

Температура верха колонны, а значит и состав дистилята, зависят от флегмового числа, т.е. от соотношения расходов орошения и дистилята. Рекомендуется отрегулировать расходы таким образом, чтобы флегмовое число лежало в пределах 5 – 9.

Продолжаем эксперимент до стабилизации температуры верха. Постоянное значение температуры свидетельствует о том, что колонна вышла на установившийся режим работы.

На производстве температура верха колонны – самый важный показатель. Её значение определяет качество получаемого дистилята.

Эксперимент закончен. Распечатываем и сохраняем графики параметров работы установки (рис. 12). Теперь их будет 10:

1. скриншот экрана (интерфейс программы);
2. мощность ТЭНов НИТ1 (окно 1), %;
3. температура верха ТТ4 (окно 3), °С;
4. температура орошения (флегмы) ТТ3 (окно 4), °С;
5. температура воды на входе в конденсатор ТТ1 (окно 5), °С;
6. температура воды на выходе из конденсатора ТТ2 (окно 6);
7. расход воды на конденсатор ФИТ1, (окно 8), л/мин.;
8. расход орошения (флегмы), ФИТ2, (окно 10), л/мин.;
9. расход дистилята ФИТ3, (окно 11), л/мин.;
10. температура в кубе колонны ТТ5 (окно 15), °С.

## Отключение установки

На заводе отключение какого-либо аппарата или всей установки называется **остановом**. Останов бывает плановый и аварийный. Мы выполняем плановый останов. Как правило, он выполняется сотрудником кафедры. Но на всякий случай надо помнить порядок отключения.

1. Обесточиваем нагреватель куба. Для этого в окне 1 (рис. 12) устанавливаем  $SP=0$ .
2. Отключаем подачу дистиллята, установив в окне 14  $SP=0$  (рис. 12).
3. Отключаем подачу орошения (флегмы), установив в окне 13  $SP=0$  (рис. 12)
4. Выключаем насос в окне 9 (рис. 12). В ёмкости верхнего продукта обязательно должна остаться жидкость для предотвращения завоздушивания насоса при следующем пуске установки.
5. Отключаем подачу воды в конденсатор.
6. Обесточиваем шкаф управления установкой 7 (рис. 9).
7. Выключаем компьютер.

## Обработка полученных результатов

1. По значению температуры верха колонны ТТ4 определяем содержание спирта в верхнем продукте  $y_D = x_D$ . Для этого используются равновесные данные жидкость пар, приведённые на лабораторном стенде и в Приложении. Все составы выражаем в молярных долях!

2. По значению температуры куба ТТ5 и Приложению находим состав кипящей жидкости  $x_F$ .

3. Далее необходимо рассчитать рабочее флегмовое число  $R$ , с которым работала колонна. Для этого воспользуемся формулой (3). Расходы флегмы и дистиллята берём из графиков ТИФ2 и ТИФ3. Расход орошения (флегмы) ТИФ2 увеличим на 20%. Такое увеличение связано с тем, что жидкость (флегма) по пути из конденсатора на верхнюю тарелку охлаждается (см. график ТТ3). В результате поступление на верхнюю тарелку охлаждённой флегмы вызывает конденсацию пара и появление дополнительного потока орошения. Вот эти 20% и учитывают дополнительную флегму.

4. Используя приведённые в Приложении данные по равновесию между жидкостью и паром для смеси этилового спирта и воды, построим диаграмму равновесия в координатах состав жидкости  $x$

– состав пара  $y$ . Рекомендуемый масштаб: 20 мм – 0,1 молярных долей (или 10 % молярных).

5. Нам известна концентрация этилового спирта в исходной смеси  $x_F$ . Тогда при помощи построенного графика можно определить состав равновесного пара  $y_F^*$  (рис. 7).

6. По формуле (5) рассчитаем минимальное флегмовое число  $R_{min}$ .

7. По уравнению (6) определим коэффициент избытка флегмы  $\varphi$ .

8. Нанесём на график равновесия жидкость – пар рабочую линию верхней части колонны. Для этого на диагонали диаграммы равновесия отметим точку  $a$ , абсцисса которой равна содержанию спирта в дистилляте  $x_D$ . Затем по уравнению (9) найдём численное значение отрезка  $B$ , отсекаемого рабочей линией на оси ординат, и нанесём точку  $B$  на диаграмму. Соединим полученные точки прямой  $aB$ , как это показано на рис. 7. Рабочая линия верхней части колонны ограничена точками  $a$  и  $b$ .

9. Определим число теоретических ступеней контакта (число теоретических тарелок), которое требуется для получения из сырья состава  $x_F$  дистиллята состава  $x_D$ . Для этого впишем прямоугольные ступени между рабочей и равновесной линиями. Первая ступень начинается в точке  $a$ . Число ступеней должно получиться меньше 5.

10. В нашей ректификационной колонне установлено 5 клапанных тарелок. Зная число требуемых теоретических тарелок, которое было определено в пункте 9, по формуле (10) рассчитаем коэффициент полезного действия клапанной тарелки.

11. Сравниваем мощность ТЭНов в режиме работы «на себя» и в режиме с отбором дистиллята с расчётной тепловой нагрузкой конденсатора (окно 12 рис. 12). Объясняем причину разных значений подведённой и отведённой тепловой мощности.

## Контрольные вопросы

1. Идеальные смеси. Закон Рауля. Изображение зависимости давления пара в бинарной смеси от состава раствора при изо-

- термических условиях. Реальные (неидеальные) смеси. Первый закон Коновалова. Первый закон Вревского [1, с. 475-477, 4; 5].
2. Азеотропия и азеотропные смеси. Второй закон Коновалова. Второй закон Вревского [1, с. 476; 5].
  3. Коэффициент относительной летучести компонентов разделяемой смеси  $\alpha$ . Влияние величины  $\alpha$  на положение линии равновесия. Изменение положения линии равновесия при изменении давления [2, с. 103].
  4. Схема промышленной ректификационной установки. Назначение конденсатора и кипятильника [1, с.484, 2, с. 114].
  5. Материальный баланс ректификационной колонны. Уравнения рабочих линий и их изображение на графике в координатах состав пара – состав жидкости [1, с. 487].
  6. Флегма, флегмовое число. Минимальное флегмовое число и его расчёт. Действительное флегмовое число [1, с. 489-491; 3, с. 424; методические указания к работе, с. 14].
  7. Определение числа теоретических ступеней контакта фаз (теоретических тарелок). Движущая сила процесса переноса компонентов в паровой и жидкой фазах на теоретической тарелке [1, с. 425-429].
  8. Коэффициент полезного действия реальной тарелки. Определение числа действительных ступеней контакта, необходимого для проведения процесса ректификации [1, с. 429-428; 3, с. 383].
  9. Устройство и принцип работы лабораторной ректификационной установки. Управление процессом получения этилового спирта [Методические указания к лабораторной работе].
  10. В куб колонны подводится теплота. Куда эта теплота девается?
  11. Студент должен свободно комментировать действия и события, происходящие на установке, руководствуясь распечатками своих графиков.
  12. Температура верха колонны начала повышаться. Почему? Назовите все возможные причины.
  13. Температура воды на выходе из конденсатора начала увеличиваться. Почему? Назовите все возможные причины.

14. Тепловая нагрузка на конденсатор (окно 12 на рис. 12) начала возрастать. Почему? Назовите все возможные причины.
15. Если увеличить отбор дистиллята, то к чему это приведёт?

## Библиографический список

1. *Касаткин А.Г.*. Основные процессы и аппараты химической технологии: Учебник для вузов.-11-е изд., стереотипное, доработанное. Перепеч. с изд. 1973 г.-М.: ООО ТИД «Альянс», 2005.-753 с.
2. *Дытнерский Ю.И.* Процессы и аппараты химической технологии: Учебник для вузов. Изд. 3-е. В 2-х кн. Часть 2. Массообменные процессы и аппараты. М.: Химия, 2002. -368 с.
3. *Фролов В.Ф.* Лекции по курсу «Процессы и аппараты химической технологии». СПб.: ХИМИЗДАТ, 2003. – 608 с.
4. [www.ximuk.ru/encyklopedia/2097.html](http://www.ximuk.ru/encyklopedia/2097.html) ]коновалова законы.
5. <http://www.izobretatel.msk.ru/ideas/rectif/tarelki/process.php#1>
6. <http://www.physchem.chimfak.rsu.ru>
7. Коган В.Б., Фридман, В.М., Кафаров, В.В. Равновесие между жидкостью и паром. М-Л,: изд. «Наука», 1966 г., в двух томах.
8. Сайт доц. каф.ХТиПЭ В.В. Филиппова:  
<http://filippov.samgtu.ru>

## Данные по равновесию для смесей этилового спирта и воды

Содержание спирта в жидкой фазе		Температура кипения, °С	Содержание спирта в паровой фазе	
% массовый	% молярный		% массовый	% молярный
1.00	0.39	98.75	10.75	4.51
2.00	0.79	97.65	19.7	8.76
3.00	1.19	96.65	27.2	12.75
4.00	1.61	95.8	33.3	16.34
5.00	2.01	95.95	37.0	18.68
6.00	2.43	94.15	41.1	21.45
10.00	4.16	91.3	52.2	29.92
15.00	6.46	89.0	60.0	36.98
20.00	8.92	87.0	65.0	42.09
25.00	11.53	85.7	68.6	46.08
30.00	14.35	84.7	71.3	49.30
35.00	17.41	83.75	73.2	51.67
40.00	20.68	83.1	74.6	53.46
45.00	24.25	82.45	75.9	55.22
50.00	28.12	81.9	77.00	56.71
55.00	32.34	81.4	78.2	58.39
60.00	36.98	81.0	79.5	60.29
65.00	42.09	80.6	80.8	62.22
70.00	47.72	80.2	82.1	64.21
75.00	54.00	79.75	83.8	66.93
80.00	61.02	79.5	85.8	70.29
85.00	68.92	78.95	88.3	74.70
90.00	77.88	78.5	91.3	80.42
95.00	88.15	78.18	95.05	88.25
<b>95.57</b>	<b>89.41</b>	<b>78.15<sup>5</sup></b>	<b>95.57</b>	<b>89.41</b>

<sup>5</sup> Точка состава азеотропа.

## Оглавление

Немного истории .....	3
Немного теории .....	5
Ректификация .....	11
Уравнение рабочей линии. Число теоретических тарелок.	
Кoeffициент полезного действия реальной тарелки.....	16
Цель работы .....	19
Описание лабораторной установки .....	19
Порядок выполнения лабораторной работы.....	26
Подготовка и пуск ректификационной установки .....	26
Режим работы колонны «на себя» .....	28
Вывод установки на рабочий режим .....	31
Отключение установки .....	32
Обработка полученных результатов .....	33
Контрольные вопросы .....	34
Библиографический список.....	37
Приложение .....	38
Оглавление.....	39

## Ректификация бинарной смеси

*Учебное издание*

*Составитель ФИЛИППОВ Вячеслав Васильевич*

*В авторской редакции*

Формат 60×84 1/16. Бумага офсетная.

Усл. п. л. 2,19. Уч.-изд. л. 2,14

Набор и вёрстка В.В. Филиппов.

Тираж 50 экз. Рег. № \_\_\_\_\_

---

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования

«Самарский государственный технический университет»

443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Главный корпус