



Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования

«САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»

**Кафедра химической технологии и
промышленной экологии**

Ректификация смеси этилового спирта и воды

Методические указания к лабораторной работе
по дисциплине
**«Процессы и аппараты химической
технологии»**

Самара 2012

Составители: В.В. ФИЛИППОВ, А.А. СКОРОХОД

УДК 66.02

Ректификация смеси этилового спирта и воды. Метод. указ. к лабораторной по курсу «Основные процессы и аппараты химической технологии». / Самар. гос. тех. ун-т; Сост. В.В. Филиппов, А.А. Скороход. Самара, 2012. 31 с.

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

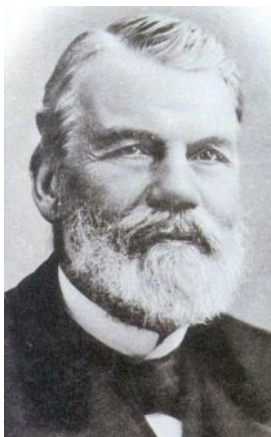
Печатается по решению кафедры ХТиПЭ

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.

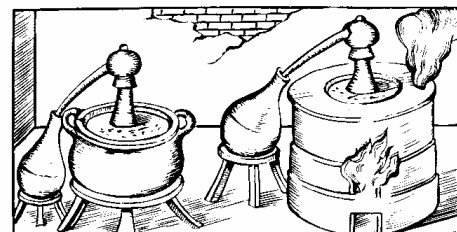


Франсуа Мари Рауль
(10.05.1830-1.04.1901)



Дмитрий Петрович Коновалов
(22.03.1856-06.01.1929)

Процесс перегонки, которую можно считать «бабушкой» современной ректификации¹, 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 выкипания. После завершения процесса в кубе остаётся продукт, который называют *кубовым остатком* или *кубовой жидкостью*. Итак, продуктами процесса простой перегонки являются дистиллят и кубовый остаток.

¹ Ректификация - от позднелат. *rectificatio* - выпрямление, исправление.

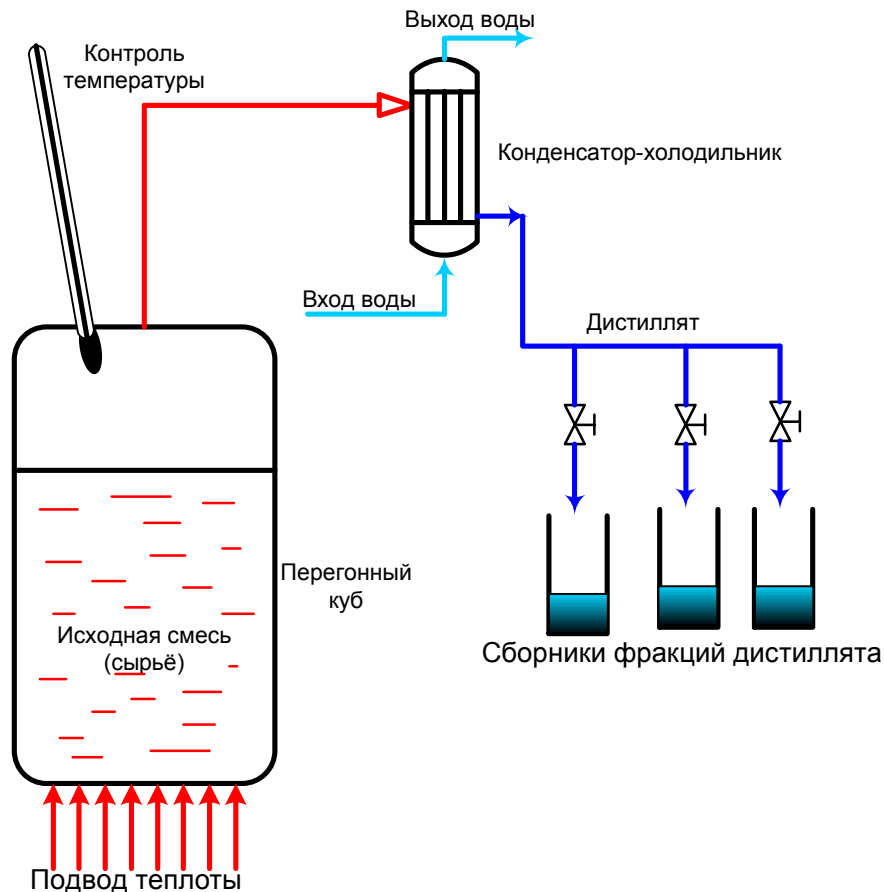


Рис. 1. Схема установка для простой (фракционной) перегонки.

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 мольных 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 можно рассчитать температуры начала и конца кипения при известных давлении и составе жидкости, состав равновесного пара над кипящей жидкостью и некоторые другие параметры.

Хуже обстоит дело с системами, образованными веществами различных классов и особенно содержащими в своём составе воду. Их называют *неидеальными*. Такие смеси могут показывать положительные отклонения от закона Рауля (фактическое давление пара оказывается больше теоретического), отрицательные (давление пара меньше теоретического) и знакопеременные. Рассчитать пара-

метры равновесия для таких смесей нельзя, приходится обращаться к справочникам с экспериментальными данными².

Из всего многообразия неидеальных систем следует выделить наиболее сложные смеси, которые называют *azeotropными* (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.

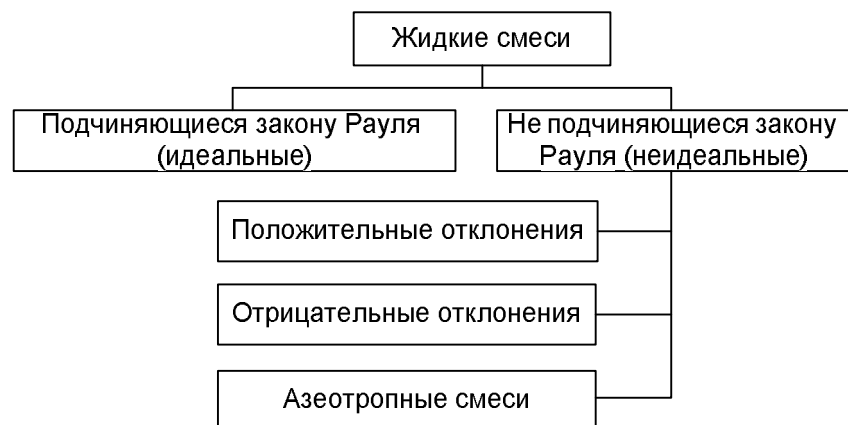


Рис. 2. Классификация жидких смесей по их подчинению закону Рауля

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.

² Наиболее часто проектировщики пользуются справочником В.Б. Коган, В.М. Фридман, В.В. Кафаров. Равновесие между жидкостью и паром. М-Л, изд. «Наука», 1966 г., в двух томах.

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.

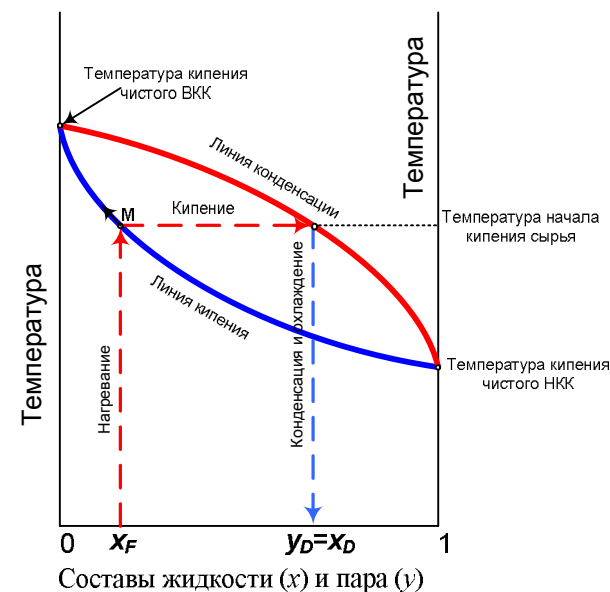


Рис. 3. Иллюстрация процесса простой перегонки на графике температур кипения и конденсации

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 НКК

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

Согласно первому уравнению всё взятое в процесс сырьё разделилось на дистиллят и кубовый остаток.

Согласно второму уравнению 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 дистиллят³. Зато мы совершенно точно знаем, что для этих целей потребуется установка, показанная на рис. 4.

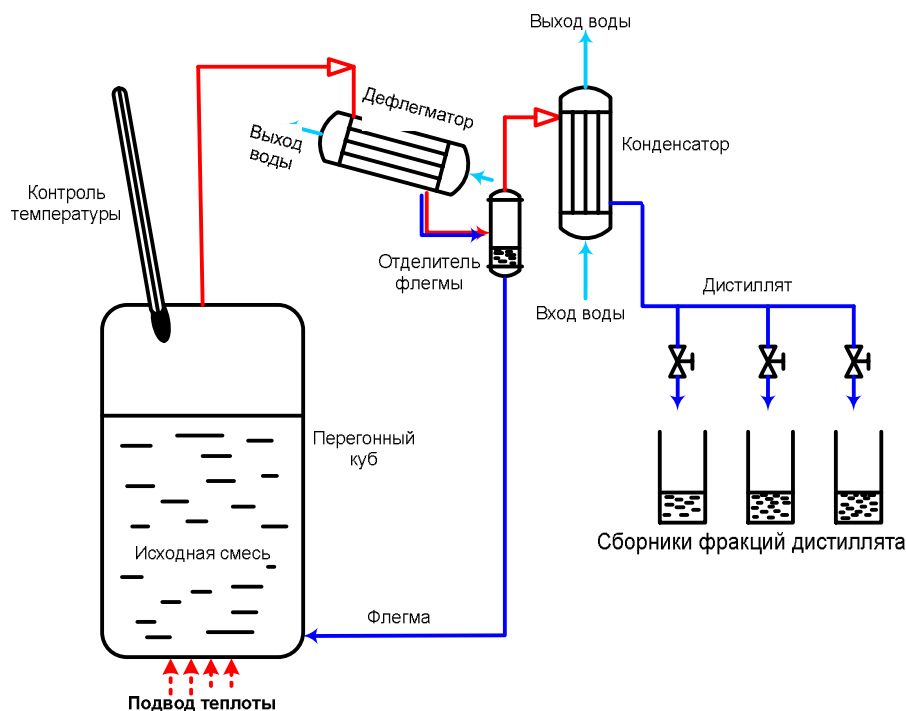


Рис. 4. Схема установки перегонки с дефлегмацией

³ Напомним, что перегонку начали применять для получения крепкой алкогольной продукции.

Эта установка принципиально отличается от предыдущей: в ней появился новый аппарат – *дефлегматор* и новый поток – поток *флегмы*⁴.

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.

Поступивший в дефлегматор пар начинает переходить в жидкую фазу, но воды для его полной конденсации подаётся недостаточно. Происходит *частичная (парциальная)* конденсация. В результате из дефлегматора выходит парожидкостная смесь, которая поступает в аппарат, предназначенный для отделения образовавшейся жидкой фазы от пара. Эта жидкая фаза называется флегмой. Она возвращается в перегонный куб. Самое главное, что в составе нового пара концентрация низкокипящего компонента стала существенно больше, чем при простой перегонке (см. рис. 5).

⁴ От греческого греч. *phlegma* – *жидкость*, мокрота. В современном техническом толковании – часть дистиллята, возвращаемая в процесс перегонки (ректификации).

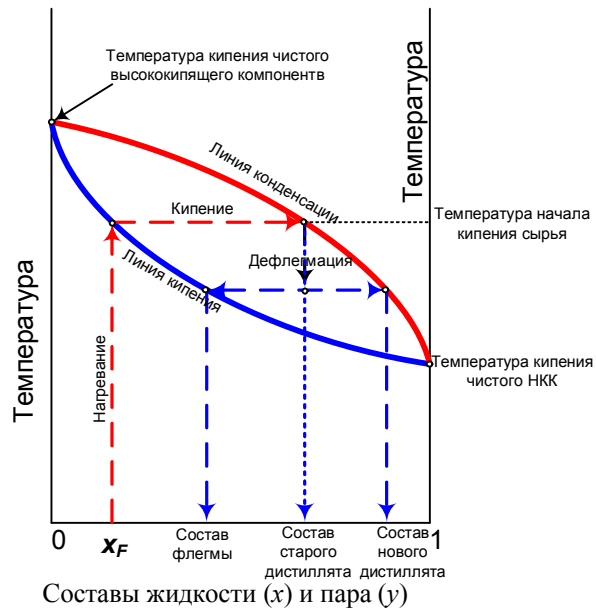


Рис. 5. Иллюстрация процесса перегонки с дефлегмацией

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 потребуется 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 или 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 получить 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 теплообменный процесс, применяемый для разделения жидких смесей, компоненты которых различаются по температурам кипения. Процесс осуществляется при контактировании потоков пара и жидкости, имеющих разные составы и температуры: пар содержит больше высококипящих компонентов и имеет более высокую температуру, чем вступающая с ним в контакт жидкость.

Организация потоков пара и жидкости, а также их взаимодействие реализуются в специальных массообменных аппаратах — *ректификационных колоннах* (рис. 6). Поток пара создается за счет подвода теплоты в выносной кипятыльник ректификационной установки и испарения в нём части нижнего продукта. 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 кусковой материал – *насадка*.

Ректификационная колонна — это противоточный колонный аппарат, в котором по всей его высоте реализуется процесс теплообмена между стекающей вниз флегмой (жидкостью) и под-

нимающимся вверх паром, причём температура пара на 0.5-2° выше температуры жидкости. Процесс тепломассообмена заключается в непрерывном обмене теплом и отдельными 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 на границе двух фаз является стремление жидкой и паровой фазы к их равновесному состоянию⁵.

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 терминами «теоретическая ступень контакта» или «единица переноса».

Процесс ректификации представляет собой многократно повторяющиеся по высоте колонны циклы испарения жидкости и конденсации ее паров (достижение равновесных состояний) в соответствующих «единицах переноса».

Для проведения заданного процесса ректификации исходной смеси можно рассчитать теоретическое значение числа ступеней контакта, в каждой из которых реализуется равновесное состояние фаз. В реальных условиях равновесие уходящих из контактной зоны потоков пара и жидкости не достигается, потоки имеют разные температуры, а их составы не соответствуют условиям равновесия. Поэтому для проведения заданного процесса ректификации потребуется большее число ступеней контакта, чем теоретическое.

Мерой совершенства контактного устройства с точки зрения организации тепломассообменного процесса является степень отличия состояний пара и жидкости после их взаимодействия в контактном устройстве от их возможного, теоретически достижимого, равновесного состояния при данной температуре. Эта степень от-

⁵ Равновесным состоянием фаз называется такое их сосуществование, при котором не происходит никаких видимых качественных или количественных изменений этих фаз.

личия от теоретически достижимого состояния характеризуется коэффициентом полезного действия (КПД) контактного устройства η и в значительной степени определяет совершенство самой ректификационной колонны.

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

Коэффициент полезного действия ступени контакта зависит от большого числа факторов — скоростей потоков контактирующих фаз, физических свойств системы и т. д., однако, при прочих равных условиях, определяющую роль играют скорости потоков относительно границы их раздела фаз и площадь этой границы. Чем ближе эти скорости к турбулентному течению и чем больше поверхность контакта, тем интенсивнее проходит процесс тепломассообмена и жидкость и пар приближаются к равновесному состоянию.

Для разделения бинарных смесей обычно используется одна колонна, для разделения многокомпонентных и непрерывных смесей (нефть, широкие бензиновые фракции) требуется система колонн, каждая из которых разделяет поступающую в нее смесь на соответствующие компоненты (фракции). Число контактных устройств в каждой из таких колонн может достигать нескольких десятков.

Основными рабочими параметрами процесса ректификации являются давление и температура в системе, соотношение потоков жидкости и пара (флегмовое число), число контактных ступеней.

На рис. 6 показана принципиальная схема промышленной ректификационной установки. Основными элементами установки являются колонна 2, конденсатор⁶ 3 и кипятильник 4.

Продуктами процесса ректификации являются дистиллят (верхний продукт) и кубовый остаток (нижний продукт). Если разделяется двухкомпонентная (бинарная) смесь, то дистиллят представляет собой практически чистый НКК, а кубовый остаток — практически чистый ВКК. В лабораторной работе разделяется

⁶ На производстве конденсатор часто называют дефлегматором, что не совсем верно.

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 Φ , которая возвращается обратно в колонну и создаёт в ней поток жидкого орошения

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

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 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.7 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. формулу (3)).

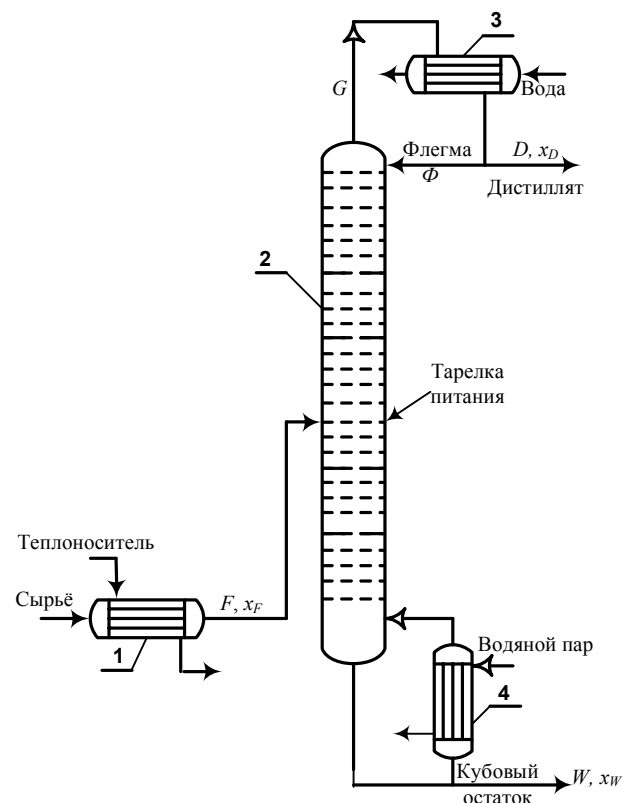


Рис. 6. Принципиальная схема ректификационной установки. 1 – подогреватель сырья; 2 – ректификационная колонна; 3 – конденсатор; 4 – кипятильник.

В теории процесса ректификации строго доказывается, что нижним пределом флегмового числа R (а значит и потока флегмы) является *минимальное флегмовое число* R_{min} , которое находится из соотношения

$$R_{min} = \frac{x_D - y_F^*}{y_F^* - x_F}, \quad (4)$$

где x_D – состав дистиллята, y_F^* – состав пара, равновесный с составом питания (см. рис. 6), x_F – состав питания.

В теории ректификации доказывается, что при минимальном флегмовом числе высота ректификационной колонны получается бесконечно большой. Т.е. минимальное флегмовое число – это в некотором смысле абстрактная величина. Поэтому на практике принимают рабочее флегмовое число несколько больше минимального. Выбор этой величины определяется технико-экономическими расчётами. Для характеристики превышения рабочего флегмового числа над минимальным вводится коэффициент избытка флегмы φ

$$\varphi = \frac{R}{R_{min}}, \quad (5)$$

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 увеличивается. 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, встречающихся в любом сечении колонны.

Точка ввода сырья (рис. 6) 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

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1}. \quad (6)$$

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

$$A = \operatorname{tg} \alpha = \frac{R}{R+1}, \quad (7)$$

а OB – отрезок, отсекаемый этой линией на оси ординат (рис. 6)

$$B = \frac{x_D}{R+1}. \quad (8)$$

Если проанализировать выражение (6), 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 α всегда меньше 45° , но больше 0° . Напомним, что угол наклона диагонали квадрата (рис. 7) равен 45° , а тангенс 45° 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 линией верхней части колонны на оси ординат, всегда больше нуля, но меньше единицы: $0 < B < 1$.

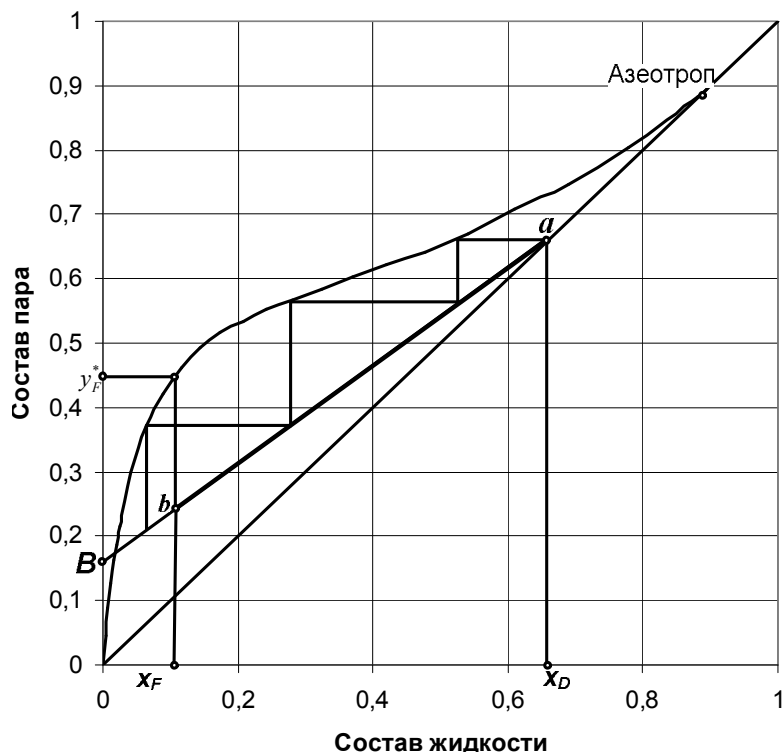


Рис. 7. Равновесная и рабочая (*ab*) линии. Определение числа теоретических тарелок

Также можно доказать, что рабочие линии верхней и нижней частей колонны⁷ пересекаются в точке *b*, абсцисса которой равна составу разделяемой смеси x_F .

Эти сведения используются при построении графика рабочих линий.

На с. 10-11 были введены понятия теоретической тарелки (теоретической ступени контакта фаз) и коэффициента полезного действия реальной тарелки. Для определения числа теоретических тарелок n_m необходимо между рабочей и равновесной линиями

⁷ С целью упрощения рисунка *b* рабочая линия нижней части колонны на нём не показана.

вписать ступени изменения концентраций, как это показано на рис.6. Первая ступень начинается из точки *a*. Число вписанных ступеней будет равно необходимому числу теоретических тарелок.

Реальные тарелки имеют эффективность разделения ниже теоретических. Как уже отмечалось, для характеристики разделяющей способности действительных тарелок вводится понятие к.п.д. тарелки η , которое можно найти из соотношения

$$\eta = \frac{n_m}{n_\partial}, \quad (9)$$

где n_∂ – число действительных (фактических) тарелок в колонне.

В конденсаторе 3 (рис. 6) происходит передача теплоты от конденсирующегося пара к воде. Тепловую нагрузку конденсатора $Q_{\text{конд}}$ можно найти по расходу воды $G_{\text{вод}}$ и её разности температур на входе $t_{\text{нач}}$ и выходе $t_{\text{кон}}$

$$Q_{\text{конд}} = G_{\text{вод}} c_{\text{вод}} (t_{2к} - t_{2н}), \quad (10)$$

где $c_{\text{вод}}$ – удельная теплоёмкость воды, $c_{\text{вод}} = 4.18 \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \times \text{К}}$.

Ц е л ь р а б о т ы

Целью работы является:

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

О п и с а н и е л а б о р а т о р н о й у с т а н о в к и

Схема лабораторной установки и её основные элементы показаны на рис. 8.

Исходная смесь этилового спирта и воды с небольшой концентрацией спирта (так называемый «тощий спирт») в количестве примерно 40 литров загружается в куб-испаритель. После подачи напряжения на нагревательные элементы происходит нагрев смеси. В кубе установлено четыре нагревательных элемента: один мощностью 2.5 кВт и три мощностью по 1 кВт. Электрическая схема их включения позволяет подавать дискретную нагрузку 2.5, 3.5, 4.5 и 5.5 кВт. При подаче напряжения на лабораторном стенде загораются зелёные индикаторные лампы, а амперметры показывают наличие тока.

После начала кипения смеси образующийся пар начинает подниматься по колонне последовательно от тарелки к тарелке. При этом клапаны тарелок издают характерный звук. Колонна постепенно нагревается, при этом часть поднимающегося пара конденсируется на стенках колонны.

После прогрева всей колонны пар поступает в основной конденсатор 3, где конденсируется и стекает в стеклянную трубку с делениями (мерник) 11. В случае если основной конденсатор по

каким-либо причинам не справляется с нагрузкой по пару (например, летом поступает тёплая вода), предусмотрен дополнительный конденсатор типа «труба в трубе» 4. Он также обеспечивает связь колонны с атмосферой («воздушник»).

Поток конденсата делится на две линии: линия возврата в колонну для создания орошения (поток флегмы) и линия дистиллята (верхнего продукта).

Как отмечалось на с. 13, в ректификационных установках может применяться как горячее, так и холодное орошение. В нашей лабораторной работе пар с верха колонны попадает в конденсатор-холодильник, в котором он не только конденсируется, но и охлаждается. Кроме того, пока флегма дойдёт до колонны, её температура снижается за счёт потерь теплоты в окружающую среду. Таким образом, в лабораторной работе организовано холодное орошение. Как учесть появление дополнительного потока флегмы на верхней тарелке колонны, показано в разделе «Обработка полученных результатов».

На линиях флегмы и дистиллята уставлены вентили 9 и 10 регулировки расхода и ротаметры 7 и 8 для его измерения. Калибровочные графики ротаметров помещены на лабораторном стенде. Изменяя соотношения расходов флегмы и дистиллята, можно изменять рабочее флегмовое число и тем самым изменять состав получаемого дистиллята, т.е. *управлять* колонной.

В нашей колонне отбираемый дистиллят возвращается обратно в куб-испаритель. Это даёт возможность поддерживать состав разделяемой смеси (питания) постоянным и тем самым имитировать работу верхней части настоящей промышленной колонны.

Наиболее важным параметром, характеризующим работу ректификационной установки, является её температурный режим. Для измерения температур установлено пять датчиков температуры, которые установлены в перегонном кубе, на верху ректификационной колонны, на линии подачи холодной флегмы, а также два датчика на линиях входа и выхода воды в конденсатор. Сигналы от датчиков поступают на многоканальный контроллер «Прамер-710», установленный на лабораторном стенде.

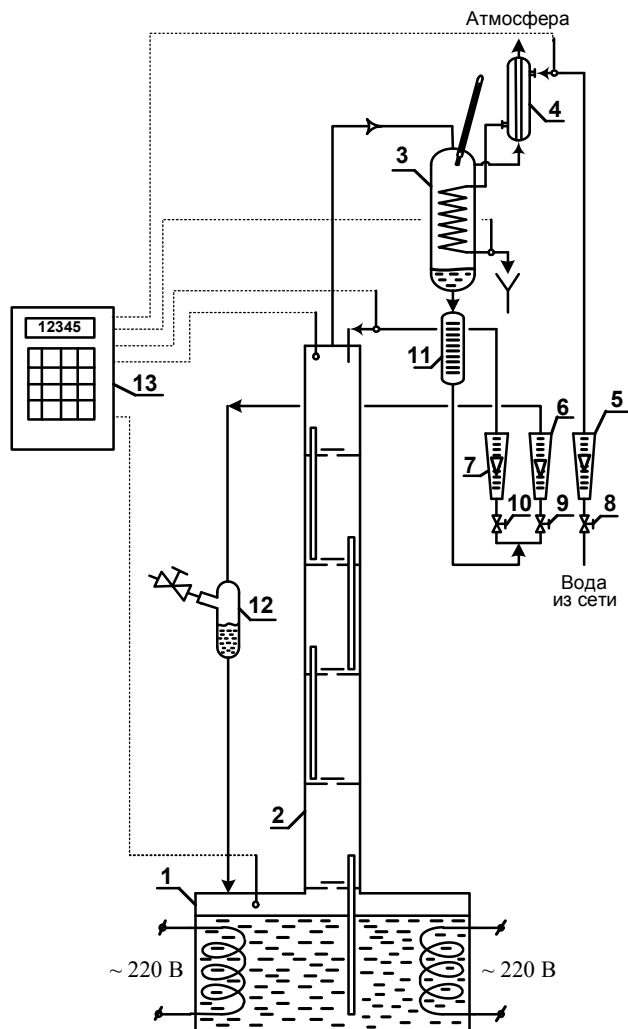


Рис. 8. Схема лабораторной установки. 1 – куб ; 2- ректификационная колонна; 3- конденсатор-холодильник; 4 – дополнительный конденсатор-воздушник; 5 – ротаметр воды; 6 – ротаметр дистиллята; 7 – ротаметр флегмы; 8, 9, 10 – вентили; 11 – мерник; 12 – воздушник на линии дистиллята; 13 – контроллер для измерения температуры.

Контроллер снабжён индикатором для отображения значений температуры. При его включении на индикаторе появляется информационная засветка первый четырёх значений температуры.

Вторая засветка, которая вызывается нажатием клавиши с цифрой 2, показывает значение температуры в пятой точке. Возврат на первую засветку производится нажатием клавиши с цифрой 1. В информационном окне показываются следующие значения температур:

- T01 – температура воды на входе в конденсатор;
- T02 – температура воды на выходе из конденсатора;
- T03- температура входящей флегмы;
- T04 – температура верха колонны;
- T05 – температура низа колонны (в кубе).

Как отмечалось ранее, контроль состава дистиллята можно вести по изменению температуры верха колонны. Измерение температуры с помощью термодатчиков даёт некоторую ошибку. Поэтому для более точного измерения температуры пара на его входе в конденсатор установлен термометр с ценой деления 0.1°C . По его показаниям можно с высокой точностью определить состав верхнего продукта, если известна зависимость состава пара от температуры. Эта зависимость для смесей этилового спирта и воды в виде таблицы приведена на лабораторном стенде и в Приложении 1.

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. Отметим, управление промышленной ректификационной установкой выполняет *аппаратчик*, должностная инструкция которого приведена в Приложении 2.

Вывод установки на режим работы «на себя»

Подлежащая разделению смесь этилового спирта и воды объёмом около 40 л загружена в куб установки. Концентрацию спирта x_F в подлежащей разделению смеси указывает лаборант. Её значение можно также установить по температуре кипения смеси (температура в кубе T05) и по зависимости температуры кипения от состава кипящей жидкости.

Вывод колонны на режим производится в следующей последовательности:

1. Включить подачу воды в конденсатор, установив поплавков ротаметра на 20-40 делений.

2. Подать напряжение на все нагревательные элементы. При этом их суммарная мощность составит 5.5 кВт. Примерно через 40 минут начнётся процесс кипения смеси. Оставлять установку без контроля на это время запрещается, так как при мощности 5.5 кВт конденсатор не справится с нагрузкой по образовавшемуся пару и начнёт захлёбываться. После начала кипения пар начнёт подниматься по колонне от тарелки к тарелке и частично конденсироваться за счёт затраты теплоты на нагрев аппарата. Клапаны по мере включения в работу начинают издавать характерный дребезжащий звук.

3. После прогрева колонны пар доходит до конденсатора и начинает в нём конденсироваться. Этот процесс хорошо видно. Мощность нагревателей теперь надо снизить до 4.5 или 3.5 кВт. Образующийся поток жидкости на первом этапе работы необходимо полностью направить на орошение в виде флегмы. Для этого вентиль на линии флегмы необходимо открыть, а на линии дистиллята – закрыть. Колонна в этом режиме работает «на себя». Отбора дистиллята нет. Показания приборов должны стать постоянными и не изменяться во времени. Теперь необходимо снять следующие показания:

1. Объёмный расход холодной флегмы, возвращаемой в колонну $\Phi_{V_{хол}}$, м³/с.
2. Температуру холодной флегмы $t_{хол}$, °С.
3. Расход охлаждающей воды $V_{вод}$ м³/с.
4. Температуру низа (куба) колонны $t_{низ}$, °С.
5. Температуру верха колонны $t_{верх}$, °С.
6. Температуру пара, поступающего в конденсатор, t_D , °С; (находится по термометру).
7. Температуру воды на входе в конденсатор $t_{2н}$, °С.
8. Температуру воды на выходе из конденсатора $t_{2к}$, °С.

Вывод установки на режим работы с отбором дистиллята

1. Открыть вентиль на линии дистиллята и установить поплавков ротаметра примерно на 25-35 делениях. Расход флегмы при этом естественным образом снизится (поплавков на левом ротаметре немного опустится).

2. Переключить потенциометр на контроль температуры верха колонны и наблюдать за её ростом (значения ЭДС термопары начинают расти).

3. После того, как температура верха колонны стабилизируется, снять показания тех же приборов, что и при работе «на себя» и, кроме того, объёмный расход дистиллята D_V , м³/с.

Обработка полученных результатов

1. Определить по значению температуры пара, поступающего в конденсатор, содержание спирта в верхнем продукте $y_D = x_D$. Для этого используются равновесные данные, приведённые на лабораторном стенде и в Приложении 1.

2. Далее необходимо рассчитать рабочее флегмовое число R , с которым работала колонна. Для этого надо знать массовые потоки флегмы Φ и дистиллята D . Определим массовый расход флегмы в колонне.

Так как в лабораторной работе используется холодное орошение (см. с. 17), то необходимо учесть появление на верхней тарелке колонны дополнительного потока флегмы, который образуется за счёт конденсации части пара. Это можно сделать из теплового баланса верхней тарелки

$$Q = \Phi_{хол} c_{\Phi} (t_{верх} - t_{хол}) = \Phi_{дон} r_{\Phi}, \quad (11)$$

где Q – тепловой поток, передаваемый от конденсирующегося пара к флегме; $\Phi_{хол}$ – массовый расход холодной флегмы, поступающей в колонну; c_{Φ} – удельная теплоёмкость флегмы; $t_{верх}$ – температура верха колонны; $t_{хол}$ – температура охлаждённой флегмы; $\Phi_{дон}$ – поток дополнительной флегмы, образующейся на верхней тарелке колонны; r – удельная теплота конденсации верхнего продукта.

Общий поток флегмы Φ будет равен сумме двух потоков: входящей в колонну охлажденной флегмы $\Phi_{хол}$ и образующейся на верхней тарелке за счёт конденсации пара $\Phi_{дон}$

$$\Phi = \Phi_{хол} + \Phi_{дон} \quad (12)$$

С помощью ротаметров измеряется не массовый расход холодной флегмы $\Phi_{хол}$, а её объёмный расход $\Phi_{Vхол}$. Этот расход связан с массовым через плотность флегмы, которая равна плотности дистиллята $\rho_{\Phi} = \rho_D = 800 \frac{кг}{м^3}$.

Тогда из формулы (11) дополнительный поток флегмы, который образуется на верхней тарелке колонны, будет равен

$$\Phi_{дон} = \frac{\Phi_{Vдон} \rho_{\Phi} c_{\Phi} (t_{верх} - t_{хол})}{r_{\Phi}} \quad (13)$$

В расчётах принять, что удельная теплоёмкость флегмы $c_{\Phi} = 3.2 \frac{кДж}{кг \cdot K}$, а удельная теплота конденсации пришедшего на

верхнюю тарелку пара $r_{\Phi} = 900 \frac{кДж}{кг}$.

Массовый поток холодной флегмы равен

$$\Phi_{хол} = \Phi_{Vхол} \rho_{\Phi} \quad (14)$$

Теперь по уравнению (12) легко найти общий поток флегмы Φ .

3. Массовый расход дистиллята находится по формуле

$$D = D_V \rho_D \quad (15)$$

4. Зная расходы флегмы и дистиллята, по формуле (3) определим значение рабочего флегмового числа R .

5. Используя приведённые в Приложении 1 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 мольных доли (или 10 % мольных).

6. Нам известна концентрация этилового спирта в исходной смеси x_F . Тогда при помощи построенного графика можно определить состав равновесного пара y_F^* (см. рис. 6).

7. По формуле (4) рассчитаем минимальное флегмовое число R_{min} .

8. По уравнению (5) определим коэффициент избытка флегмы φ .

9. 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 (8) 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.6. Рабочая линия верхней части колонны ограничена точками a и b (см. с. 14-15).

10. Определим число теоретических ступеней контакта, 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.

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

12. Составим тепловой баланс конденсатора. Для этого по уравнению (10) рассчитаем тепловой поток Q , которая передаётся от конденсирующегося пара к воде. Удельная теплоёмкость воды

$c_{вод} = 4.18 \frac{кДж}{кг \cdot K}$. Плотность воды, которая необходима для пере-
счёта объёмного расхода в массовый, считать равной

$$\rho_{вод} = 1000 \frac{кг}{м^3}$$

Контрольные вопросы

1. Идеальные смеси. Закон Рауля. Изображение зависимости давления пара в бинарной смеси от состава раствора при изотермических условиях. Реальные (неидеальные) смеси. Пер-

- вый 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 α . Влияние величины α 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. 12].
 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].

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.xumuk.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>

Приложение 1

Данные по равновесию для смесей этилового спирта и воды

Содержание спирта в жидкой фазе		Температура кипения, °С	Содержание спирта в паровой фазе	
% массовый	% мольный		% массовый	% мольный
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
95.57	89.41	78.15⁸	95.57	89.41

⁸ Точка состава азеотропа.

Приложение 2

Общие профессии химических производств⁹ Типовая должностная инструкция аппаратчика перегонки 3-го разряда

ОАО <Название организации> Должностная инструкция Аппаратчика перегонки 3-го разряда.

Должность: Аппаратчик перегонки 3-го разряда

Подразделение: _____

1. Общие положения:

Подчиненность:

- Аппаратчик перегонки 3-го разряда непосредственно подчинен.....
- Аппаратчик перегонки 3-го разряда выполняет указания

(указания этих работников вы выполняются только в том случае, если они не противоречат указаниям непосредственного руководителя).

Замещение:

- Аппаратчик перегонки 3-го разряда замещает _____
- Аппаратчика перегонки 3-го разряда замещает _____

Прием и освобождение от должности:

Аппаратчик перегонки назначается на должность и освобождается от должности руководителем отдела по согласованию с руководителем подразделения.

2. Требования к квалификации:

Должен знать:

- технологическую схему производства продукта
- устройство, принцип работы обслуживаемого оборудования
- основы и сущность технологического процесса
- параметры технологического режима и правила регулирования процесса физико-химические и технологические свойства сырья и полупродуктов
- технические условия на готовую продукцию
- правила отбора проб
- схему коммуникаций, трубопроводов.

⁹ http://di.as-volga.com/Obshchie_professii_himicheskikh_proizvodstv/

3. Должностные обязанности:

- Ведение технологического процесса простой перегонки (ректификации, дистилляции, разгонки) под вакуумом или водяным паром с целью частичного или предварительного грубого разделения смесей или ведение средней сложности технологического процесса перегонки (дистилляции, ректификации, разгонки) под руководством аппаратчика более высокой квалификации.

Командировки:

- как часто (% от рабочего времени): _____
- куда _____

4. Взаимодействие:

Коммуникации внутренние

(для достижения общих целей и эффективного исполнения обязанностей Аппаратчик перегонки сотрудничает с другими работниками подразделения или другими отделами и обменивается следующей информацией (содержание, форма, сроки)):

- Получает информацию (какую; от кого) _____
- Передает информацию (какую; кому) _____

Коммуникации внешние

(для выполнения своих обязанностей Аппаратчик перегонки обменивается информацией с другими организациями):

- Получает информацию (какую; от кого) _____
- Передает информацию (какую; кому:) _____

5. Права

- Аппаратчик перегонки имеет право давать подчиненным ему сотрудникам поручения, задания по кругу вопросов, входящих в его функциональные обязанности.
- Аппаратчик перегонки имеет право контролировать выполнение производственных заданий, своевременное выполнение отдельных поручений подчиненными ему сотрудниками.
- Аппаратчик перегонки имеет право запрашивать и получать необходимые материалы и документы, относящиеся к вопросам своей деятельности и деятельности подчиненных ему сотрудников.
- Аппаратчик перегонки имеет право взаимодействовать с другими службами предприятия по производственным и другим вопросам, входящим в его функциональные обязанности.

- Аппаратчик перегонки имеет право знакомиться с проектами решений руководства предприятия, касающимися деятельности Подразделения.
- Аппаратчик перегонки имеет право предлагать на рассмотрение руководителя предложения по совершенствованию работы, связанной с предусмотренными настоящей Должностной инструкцией обязанностями.
- Аппаратчик перегонки имеет право выносить на рассмотрение руководителя предложения о поощрении отличившихся работников, наложении взысканий на нарушителей производственной и трудовой дисциплины.
- Аппаратчик перегонки имеет право докладывать руководителю обо всех выявленных нарушениях и недостатках в связи с выполняемой работой.

6. Ответственность

- Аппаратчик перегонки несет ответственность за ненадлежащее исполнение или неисполнение своих должностных обязанностей, предусмотренных настоящей должностной инструкцией в пределах, определенных трудовым законодательством Российской Федерации.
- Аппаратчик перегонки несет ответственность за нарушение правил и положений, регламентирующих деятельность предприятия.
- При переходе на другую работу или освобождении от должности Аппаратчик перегонки ответственен за надлежащую и своевременную сдачу дел лицу, вступающему в настоящую должность, а в случае отсутствия такового, лицу, его заменяющему или непосредственно своему руководителю.
- Аппаратчик перегонки несет ответственность за правонарушения, совершенные в процессе осуществления своей деятельности, - в пределах, определенных действующим административным, уголовным и гражданским законодательством Российской Федерации.
- Аппаратчик перегонки несет ответственность за причинение материального ущерба - в пределах, определенных действующим трудовым и гражданским законодательством Российской Федерации.

- Аппаратчик перегонки несет ответственность за соблюдение действующих инструкций, приказов и распоряжений по сохранению коммерческой тайны и конфиденциальной информации.
- Аппаратчик перегонки несет ответственность за выполнение правил внутреннего распорядка, правил ТБ и противопожарной безопасности.

7. Показатели оценки

(непосредственный руководитель оценивает работу на основе следующих показателей):

- Измеряемые показатели: _____
- Функциональные показатели: _____

8. Программа повышения квалификации

(для успешного выполнения обязанностей на вашей должности необходимо регулярное повышение квалификации):

по каким темам _____

как часто _____

9. Перспективы служебного роста: _____

(для сотрудника, успешно работающего в данной должности):

Настоящая должностная инструкция разработана в соответствии с _____

Руководитель структурного подразделения:

_____ 00.00.00г.

СОГЛАСОВАНО:

Начальник юридического отдела:

_____ 00.00.00г.

подпись

фамилия, инициалы

С инструкцией ознакомлен:

_____ 00.00.00г.

подпись

фамилия, инициалы

Оглавление

Немного истории.....	3
Немного теории.....	5
Ректификация.....	Ошибка! Закладка не определена.
Уравнение рабочей линии. Число теоретических тарелок.	
Коэффициент полезного действия реальной тарелки.....	17
Цель работы.....	21
Описание лабораторной установки.....	21
Порядок выполнения лабораторной работы.....	24
Вывод установки на режим работы «на себя».....	24
Вывод установки на режим работы с отбором дистиллята....	26
Обработка полученных результатов.....	26
Контрольные вопросы.....	28
Библиографический список.....	30
Приложение 1.....	31
Приложение 2.....	32
Оглавление.....	36