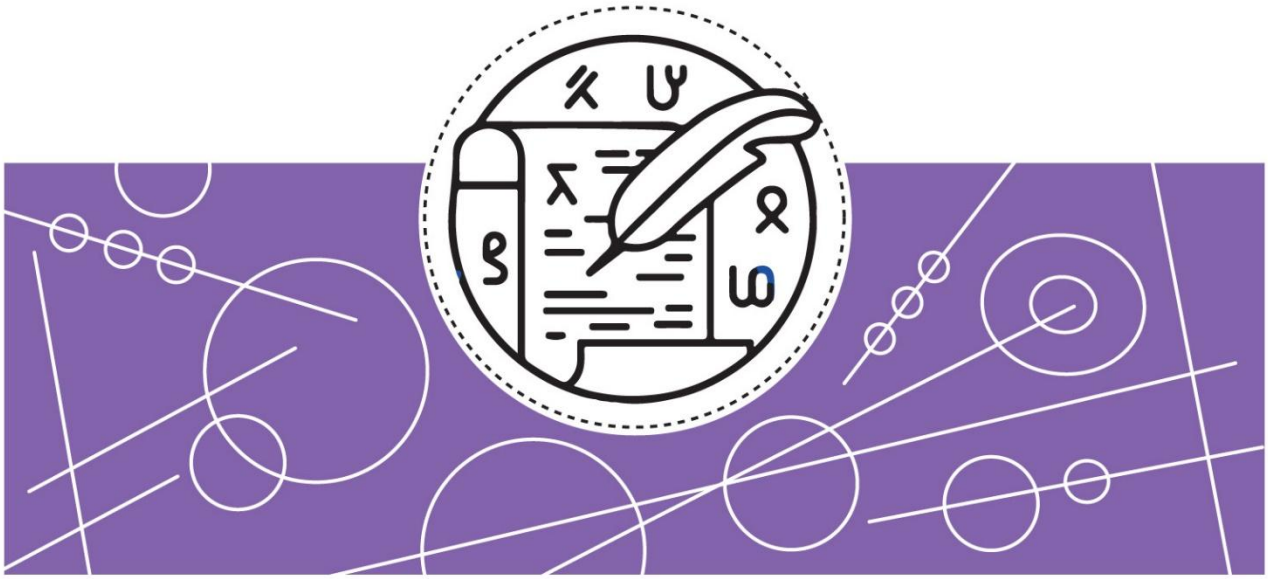
ИТМО

Е.В. Логвиненко

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ НА УСТАНОВКЕ РЕКТИФИКАЦИИ



САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2026

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Е.В. Логвиненко

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ НА УСТАНОВКЕ РЕКТИФИКАЦИИ

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ

РЕКОМЕНДОВАНО К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В УНИВЕРСИТЕТЕ ИТМО
по направлению подготовки 16.04.03 Холодильная, криогенная техника и системы жизнеобеспечения
в качестве Учебно-методическое пособие для реализации основных профессиональных образовательных программ высшего образования магистратуры

ИТМО

Санкт-Петербург
2026

УДК 66.048.3

Логвиненко Е.В., Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ на установке ректификации– СПб: Университет ИТМО, 2026. – 39 с.

Рецензент(ы):
Кравченко Юлия Андреевна, кандидат технических наук, , ассистент (квалификационная категория "ассистент") образовательного центра "Энергоэффективные инженерные системы", Университета ИТМО.

Дисциплина «Проектирование машин, аппаратов и установок для производства и хранения сжиженного природного газа» включает в себя рассмотрение всех вопросов, связанных с производством и хранением сжиженного природного газа. В данном учебно-методическом пособии рассмотрен один из процессов ожижения природного газа, а именно ректификация, и показана установка для ректификации смеси с тарельчатой колонной. Пособие содержит методические указания по выполнению лабораторных работ на данной установке.

ИТМО (Санкт-Петербург) — национальный исследовательский университет, научно-образовательная корпорация. Альма-матер победителей международных соревнований по программированию. Приоритетные направления: IT и искусственный интеллект, фотоника, робототехника, квантовые коммуникации, трансляционная медицина, Life Sciences, Art&Science, Science Communication.
Лидер федеральной программы «Приоритет-2030», в рамках которой реализовывается программа «Университет открытого кода». С 2022 ИТМО работает в рамках новой модели развития — научно-образовательной корпорации. В ее основе академическая свобода, поддержка начинаний студентов и сотрудников, распределенная система управления, приверженность открытому коду, бизнес-подходы к организации работы. Образование в университете основано на выборе индивидуальной траектории для каждого студента.
ИТМО пять лет подряд — в сотне лучших в области Automation & Control (кибернетика) Шанхайского рейтинга. По версии SuperJob занимает первое место в Петербурге и второе в России по уровню зарплат выпускников в сфере IT. Университет в топе международных рейтингов среди российских вузов. Входит в топ-5 российских университетов по качеству приема на бюджетные места. Рекордсмен по поступлению олимпиадников в Петербурге. С 2019 года ИТМО самостоятельно присуждает ученые степени кандидата и доктора наук.

© Университет ИТМО, 2026
© Логвиненко Е.В., 2026

Содержание

ВВЕДЕНИЕ..... 4
1. ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ РЕКТИФИКАЦИИ ПРИРОДНОГО ГАЗА 6
2. РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ ПО РЕКТИФИКАЦИИ С ТАРЕЛЬЧАТОЙ КОЛОННОЙ..... 9
2.1 Назначение 9
2.2 Основные технические характеристики 9
2.3 Состав установки..... 9
2.4 Устройство и работа 11
2.5 Техника безопасности 13
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 «Исследование работы ректификационной колонны периодического действия» 15
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 «Исследование процесса периодической дистилляции с дефлегмацией» 31
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ..... 40

ВВЕДЕНИЕ

Дисциплина «Проектирование машин, аппаратов и установок для производства и хранения СПГ» рассматривает вопросы, связанные с полным циклом производства сжиженного природного газа (СПГ), а также его хранением и транспортированием. Процесс ожижения природного газа (ПГ) состоит из нескольких этапов: очистка и осушка ПГ, охлаждение и ожижение ПГ, разделение СПГ на фракции, с получением метаны высокой чистоты. В данном учебно-методическом пособии будет рассмотрен один из процессов ожижения ПГ, а именно ректификация, и показана установка для ректификации смеси с тарельчатой колонной.

В ходе изучения данной дисциплины студенты выполняют ряд практических заданий, в том числе лабораторные работы по теме ректификация. Сроки выполнения работ установлены учебным планом. В конце курсе предусмотрена сдача зачета, для допуска к которому необходимо выполнить и защитить данные лабораторные работы. Пособие направлено на изучение вопросов по теме «Ректификация смесей», состоит из раздела, содержащего теоретическую информацию по процессу ректификация, а также двух лабораторных работ. Лабораторные работы обеспечивают практическую подготовку студентов на базе учебной лабораторной установки.

В результате выполнения и защиты лабораторных работ студенты закрепляют знания, приобретают умения и формируют новые навыки в соответствии с рабочей программой дисциплины «Проектирование машин, аппаратов и установок для производства и хранения сжиженного природного газа», целью освоения которой является формирование компетенций, напрямую отвечающих за способность к руководству проектным подразделением по проектированию систем промышленного производства сжиженного природного газа.

Лабораторные испытания проводятся вместе с преподавателем. Для допуска к лабораторной работе обучающийся должен:

1. знать устройство лабораторной установки;
2. знать порядок проведения эксперимента;
3. быть готовым к записи необходимых для расчета измерений.

При защите отчетов по лабораторным работам студенты должны подтвердить достижение требуемых результатов обучения и формируемых компетенций выпускника. Для этого при получении зачета за выполнение лабораторных работ студент должен правильно ответить на контрольные вопросы, примеры которых приведены в конце каждой лабораторной работы.

Пособие предназначено для работы студентов направлений магистратуры 16.04.03 Холодильная, криогенная техника и системы жизнеобеспечения очной формы обучения по дисциплине «Проектирование машин, аппаратов и установок для производства и хранения сжиженного природного газа».

1. ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ РЕКТИФИКАЦИИ ПРИРОДНОГО ГАЗА

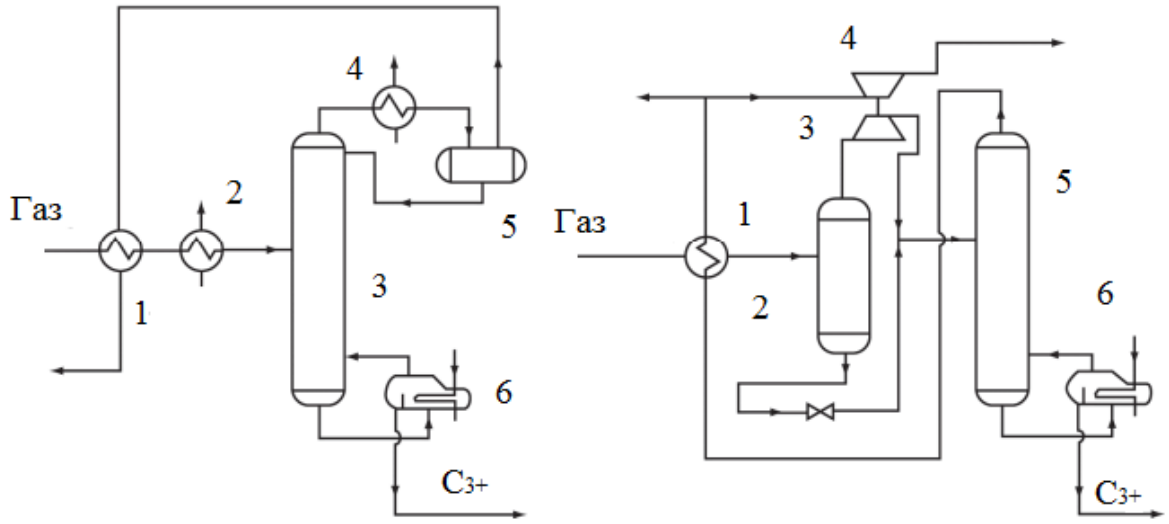
В комплексах по производству сжиженного природного газа (СПГ) ректификация играет важную роль и используется на разных этапах получения СПГ. Во-первых, ректификацию используют для фракционирования сырьевого газа, когда необходимо из потока сырьевого газа выделить ценные для химической промышленности компоненты: этан, пропан, бутан, пентан и так далее, которые нет смысла использовать в качестве топлива. При этом в случае использования их как химического сырья они позволяют получить широкий спектр ценных химических продуктов. Кроме того, если не удалить эти фракции, то при понижении температуры до 112 К (температуры кипения СПГ при атмосферном давлении) они замерзнут и повредят или забьют кристаллами теплообменные аппараты установки по ожижению СПГ. Во-вторых, так как в состав природного газа на некоторых месторождениях входит азот, который также необходимо удалить из потока, потому что он ухудшает топливные свойства СПГ, для его удаления используют азотные ректификационные колонны, такой процесс называется азотно-метановая ректификация). В-третьих, необходимо с помощью ректификации выделить фракцию легких углеводородов (ШФЛУ), которую можно либо импортировать либо использовать внутри страны в химической промышленности.

Таким образом, ректификация заняла важное место в производстве СПГ и побочных продуктов (тяжелых, легких углеводородов, азота, водорода, гелия и т.д.). Более того, использование углеводородов а также водорода и гелия в других отраслях народного хозяйства обеспечивают быструю окупаемость затрат на строительство установок комплексной подготовки нефти и газа, газоперерабатывающих заводов. Поэтому сейчас наряду с увеличением добычи природного и нефтяного газов большое значение также придается комплексному использованию их ресурсов.

Ректификация один из методов выделения этих компонентов, кроме нее, существуют компрессионный метод (получение нестабильного газового бензина), масляная абсорбция при температуре окружающего воздуха (МАУ) либо при пониженной температуре (НТА), а также низкотемпературная конденсация (НТК). Выбор метода зависит от многих факторов: объемов перерабатываемого газа, содержания в нем этих компонентов, заданной глубины извлечения целевых компонентов, а также от местных промысловых условий. Но наиболее высокую четкость разделения углеводородов можно достичь с помощью метода низкотемпературной ректификации.

При использовании низкотемпературной ректификации для получения углеводородов и других компонентов из потока природного газа необходимо охладить этот поток до температуры, при которой часть компонентов смеси перейдет в жидкое состояние, таким образом получится смесь в двухфазном состоянии, после этого можно выполнить разделение этой смеси в ректификационной колонне. Метод ректификации позволяет получать более чистые компоненты, например, по сравнению с низкотемпературной конденсацией.

Для установок низкотемпературной ректификации природного газа характерно использование двух основных видов колонн: ректификационно-отпарные (рис. 1) и конденсационно-отпарные (рис. 2) [1].



а б

Рис. 1 Принципиальная схема низкотемпературной ректификации, использующей ректификационно-отпарную колонну:
а) 1, 2, 4 – теплообменные аппараты, 3 – ректификационная колонна, 5 – емкость, 6 – кипятильник;
б) 1 – теплообменный аппарат, 2 – сепаратор, 3, 4 –турбодетандеры, 5 – ректификационная колонна, 6 – кипятильник

Природный газ, который в своем составе содержит большое количество углеводородов, называют «жирным» газом, а газ после НТР – «сухим», он более чем на 98-99% состоит из метана. Получатся, что на вход в установку ректификации (рис. 1а) подается жирный газ, в теплообменнике 1 этот поток охлаждается обратным потоком газа, выходящего из емкости 5, для дополнительного охлаждения в этой схеме используют пропановый теплообменник 2, после этого поток переходит в двухфазное состояние и отправляется на ректификацию в колонну 3. В ней углеводороды, которые имеют более высокую температуру кипения конденсируются и собираются в кубе колонны, а пар поднимается по колонне вверх и направляется в пропановых

теплообменный аппарат 4, где этот поток частично конденсируется, поэтому в емкости 5 собирается жидкая фаза потока, а пар отправляется на теплообменник 1. Жидкость из емкости 5 направляют в ректификационную колонну 3 для орошения. Кубовая жидкость, которая является деэтанизированным нестабильным бензином, через нагреватель 6 отправляется потребителю. Основным отличием между схемами, показанными на рисунке 1а и схемой на рисунке 1б, является способ охлаждения потока жирного газа, во втором случае (рис.1б) используются турбодетандерные агрегаты и дроссель.

Схема, показанная на рисунке 2, в своем составе имеет сепаратор 2. Применение сепаратора после холодильника-конденсатора 1 позволяет отделить поток отбензиненного газа, а значит уменьшается нагрузка на ректификационную колонну 4.

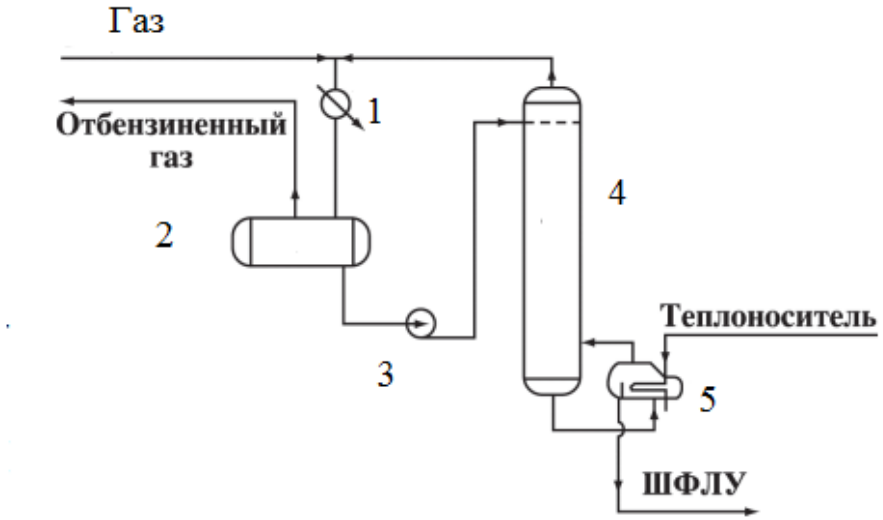


Рис. 2 Принципиальная схема низкотемпературной ректификации, использующей конденсационно-отпарную колонну: 1 –холодильник-конденсатор, 2 – сепаратор, 3 – насос, 4 – ректификационная колонна, 5 – ребойлер

Основные конструктивные особенности установок для осуществления процесса низкотемпературной ректификации:

1. Как показано на рисунках 1 и 2, в схемах применяют холодильные циклы (внешние и внутренние).

2. Чтобы подводить теплоты в куб ректификационной колонны, можно использовать кипятильник, как показано на рисунке 1, либо ребойлер, как показано на рисунке 2. В кипятильнике в качестве теплоносителя используют поток сырьевого газа, а в ребойлере этот поток газа подается в змеевик, за счет этого нагревается кубовая жидкость, которая в виде пара поступает из ребойлера в колонну.

3. Если установка ректификации не снабжена холодильником-конденсатором, то колонная будет работать как исчерпывающая.

2. РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ ПО РЕКТИФИКАЦИИ С ТАРЕЛЬЧАТОЙ КОЛОННОЙ

Данная лабораторная установка предоставлена ООО «Производственное объединение «Зарница».

2.1 Назначение

Данная лабораторная установка с тарельчатой колонной предназначена для изучения процесса ректификации и фазовых переходов в многокомпонентных растворах при разделении этилового спирта. Основное преимущество тарельчатой колонны перед насадочной – простота визуального наблюдения за потоками и точного измерения температуры в любом сечении (на каждой тарелке).

2.2 Основные технические характеристики установки

Таблица 1 Основные технические характеристики

Параметр	Значение
Источник питания: - однофазная сеть переменного тока с нулевым и защитным проводниками, В - частота сети, Гц	 220 50
Номинальная электрическая мощность, кВт	3, не более
Вариант исполнения	напольный
Габариты (ДхШхВ), мм	1200х650х1600
Масса, кг	120

2.3 Состав установки

В таблице 2 показан состав лабораторной установки для изучения процесса ректификации, внешний вид которой показан на рисунке 3.

Таблица .2 Состав изделия

Наименование		Кол-во, шт.
Лабораторная установка по ректификации		
1	Пульт управления и автоматизации	1
2	Датчик температуры	5
3	Датчик избыточного давления	2
4	Расходомер с импульсным выходом	1
5	Система охлаждения с водо-воздушными теплообменниками	1

6	Индукционный электрический нагреватель	1
7	Перегонный куб	1
8	Дефлегматор Димрота	1
9	Проточный холодильник	1
10	Модель ректификационной колонны	1
Ареометр со шкалой 10-20%		1
Ареометр со шкалой 90-100%		1
Электронный носитель с программным обеспечением		1

Рис.3 Общий вид стенда для изучения процесса ректификации

2.4 Устройство и работа

Данная лабораторная установка для ректификации жидкостей служит для изучения процесса ступенчатой дистилляции веществ, разделяемых методом ректификации, с температурой кипения до 120 °С. Типичные примеры таких жидкостей: ацетон, этиловый спирт, метиловый спирт. Для эксперимента по разделению жидкостей требуется заранее приготовить исходный раствор из дистиллированной воды с точно известными количествами этилового спирта и ацетона.

Эксперимент можно проводить как с двухкомпонентным, так и с многокомпонентным раствором. Раствор готовят непосредственно перед опытом, чтобы избежать необратимых изменений его свойств.

Алгоритм приготовления раствора:

Для приготовления раствора понадобится чистая лабораторная посуда, объёмом не менее 4 л, при неимении таковой можно приготовить раствор несколькими партиями, так чтоб общий объём раствора был больше минимального заправочного объёма перегонной емкости V1. Рекомендуемый объём раствора, необходимого для проведения лабораторного эксперимента составляет 1,2-3 $дм^3$. Рекомендуемое соотношение воды с этиловым спиртом 1:5.

1. Ополосните посуду дистиллированной водой и разместите на столешнице стенда.
2. Влейте в ёмкость точное количество этилового спирта с концентрацией 95–96%.
3. Измерьте процентное содержание спирта в растворе с помощью ареометра.
4. Для многокомпонентного раствора добавьте в посуду известное количество химически чистого ацетона.
5. Раствор готов.

Подготовка к проведению эксперимента:

1. Выполните осмотр стенда: проверьте целостность электрических проводов и гидравлических соединений.
2. Заполните ёмкость V2 системы охлаждения чистой водой.
3. Убедитесь, что все краны стенда закрыты, а переключатели выключены.
4. Подключите стенд к сети 220 В, 50 Гц, обеспечив мощность свыше 2,5 кВт.
5. Включите питание с помощью автоматического переключателя на лицевой панели
6. Проверьте индикаторы модуля управления. Должны отображаться корректно температуры: TE1–TE5 и давления: PE1, PE2. Если нет – эксперимент не проводится.
7. Отстегните хомут крышки перегонного куба, придерживая колонну, выдвиньте куб, влейте экспериментальный раствор, верните на место, закрепите хомут плотно (при необходимости подтяните механизм).
8. Стенд готов к эксперименту.

Порядок проведения эксперимента:

При отборе компонентов следует учитывать, что модель колонны не повторяет в точности работу промышленной ректификационной колонны, но даёт общее представление о процессе дистилляционного разделения компонентов. Следует понимать, что промышленная колонна для получения этилового спирта-ректификата состоит из большего количества физических тарелок (около 80 ФТ). Более того, при измерении температур компонентов их значения могут отличаться от справочных на 1,0-1,5 ^{0}C, это связано с погрешностью системы измерения, а также тепловых потерь в колонне.

1. Подать питание на нагреватель с помощью переключателя ЕК1. Включить сервисными кнопками с модуля управления или с панели нагревателя и установить максимальную мощность.

2. Включить насос с помощью переключателя насоса М1.

3. Включить вентилятор системы охлаждения с помощью переключателя вентилятора М2 Рекомендуемая температура охлаждающей жидкости для обеспечения оптимального флегмового числа составляет 35-50 ^{0}C. При уменьшении этой температуры флегмовое число будет стремиться к бесконечности, а значит отбор будет минимальным. При большем значении температуры увеличивается производительность установки, но падает точность отбора компонента, если мощности нагревателя не хватает. Тонкая настройка скорости отбора осуществляется краном К1.

4. По показаниям приборов ТЕ1-ТЕ3 наблюдать за выходом колонны на рабочий режим. Признаком выхода установки на рабочий режим считается остановка изменения температур ТЕ1-ТЕ3 (прекращается их увеличение), при этом на тарелках наблюдается кипение (процесс барботажа) и флегма равномерно орошает рабочую поверхность всех тарелок. Время выхода на режим не менее 20 минут (этот показатель зависит от объёма раствора в ёмкости V1).

5. Температура ТЕ3 на входе в колонну V1 будет чуть меньше температуры кипения самого высококипящего компонента раствора. Температура ТЕ1 будет чуть выше (или равна ей) температуры кипения самого низкокипящего компонента, содержащегося в растворе.

6. Для отбора компонентов смеси следует открыть кран К1 дефлегматора RC1 и холодильника НЕ1. Процедуру отбора компонентов следует производить согласно их температурам кипения, сделав поправку на текущее атмосферное давление, отображаемое на дисплее панельного ПЛК.

Максимальная производительность колонны без срыва рабочего режима в данном исполнении 1,0 л/час, в противном случае, колонна превратится в обычный дистиллятор.

Порядок завершения работы со стендом:

1. Закрыть отборный кран К1.
2. Выключить питание нагревателя ЕК1.
3. Дождаться, пока раствор полностью вернется в перегонный куб.
4. Отключить вентилятор и насос системы охлаждения.
5. Отключить питание стенда.
6. Если установка останавливается на длительное время, то необходимо осуществить слив раствора из перегонного куба, но сделать это можно лишь после его охлаждения до комнатной температуры.

2.5 Техника безопасности

При эксплуатации данной лабораторной установки нужно строго выполнять несколько правил:

1. Для допуска к работе на данной установке необходимо ознакомиться с паспортом установки и пройти инструктаж по технике безопасности.
2. Перед включением убедитесь, что питание выключено.
3. Если в процессе работы были замечены какие-то трещины, повреждения, более того появился дым, искры и неприятный запах, то работу следует прекратить и отключить питание установки.

ЗАПРЕЩЕНО использовать оборудование, если оно неисправно.

ЗАПРЕЩЕНО применять устройство или его узлы не по назначению.

ЗАПРЕЩЕНО разбирать установку.

ЗАПРЕЩЕНО менять схему изделия или его функционал.

4. Если установка находилась в холодном помещении или перевозилась в зимних условиях, то прежде, чем ее включать в сеть, нужно выполнить ее отогрев в теплом помещении в течение 6 часов.
5. Соблюдайте при работе на установке «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».
6. Допускается использование данной установки только в тех помещениях, где нет опасности поражения электрическим током.
7. Не допускается использование внешних источников питания для предотвращения поражения электрическим током или выхода из строя компонентов установки.

8. Нельзя располагать установку рядом с легковоспламеняющимися и распространяющими огонь предметами.

9. Включенное оборудование должно быть всегда под наблюдением.

10. Нельзя, чтобы внутрь установки проникала жидкость.

11. Нельзя более 12 часов оставлять лабораторную установку в режиме ожидания.

12. При любых манипуляциях с запорными органами не рекомендуется использовать чрезмерно силу, чтобы не сломать вентили.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

Исследование работы ректификационной колонны периодического действия

Цель работы: исследовать процесс ректификации смеси с помощью. установки периодического действия с ректификационной колонной на примере смеси этилового спирта с водой.

Для достижения поставленной цели необходимо решить несколько задач:

1. Написать материальный баланс процесса разделения смеси.
2. Выполнить построение в диаграмме $y(y_p)$-x процесса разделения смеси.
3. Найти коэффициент массоотдачи, определить высоту колонны, эквивалентную единице массопереноса.

Теоретические сведения

Ректификация – это массообменный процесс, который используется для разделения жидких однородных смесей (чаще всего компонентов с близкими температурами кипения) на чистые фракции за счет многократного противоточного взаимодействия пара и жидкости [2].

Процесс ректификации возможен только для смесей, у которых компоненты имеют разную летучесть. Дело в том, что при разделении смеси она делится на части (две и более), при этом одна часть будет содержать в основном легколетучий компонент, температура кипения которого ниже, эту часть называют дистиллят, другая часть содержит тяжелолетучий компонент, температура кипения этой части более высокая, а называется она кубовый остаток.

Для разделения спеси обычно используют ректификационную колонну, при этом ректификация может проходить либо непрерывно, либо периодически [3]. Из названия процессов становится ясно, что главное отличие – это то, как будет осуществляться подача смеси в колонну, например, в первом случае смесь подается в колонную непрерывно. В этом случае смесь предварительно нагревают до температуры кипения, затем подают в середину колонны, на тарелку, которая называется питающей, эта тарелка разделяет колонну две части: верхнюю и нижнюю (рисунок 4) [4].

Нижнюю часть колонны ещё называют отгонной, потому что именно в ней удаляется легколетучий компонент из смеси (раствора), а

верхняя часть называется укрепляющей, потому что в ней осуществляется обогащение пара, движущегося вверх по колонне, легколетучим компонентом с более низкой температурой кипения. При разделении смеси спирт-вода процесс выглядит следующим образом: более легколетучий компонент с температурой кипения около 90^0C – спирт – в виде пара поднимается вверх по колонне, а вода (тяжелолетучий и с температурой кипения 100^0C) стекает вниз по тарелкам. При выходе такой установки на режим получают продукт и кубовую жидкость постоянной концентрации и с этого момента концентрации перестают зависеть от времени. Такая ректификационная установка периодического действия показана на рисунке 5 [4].

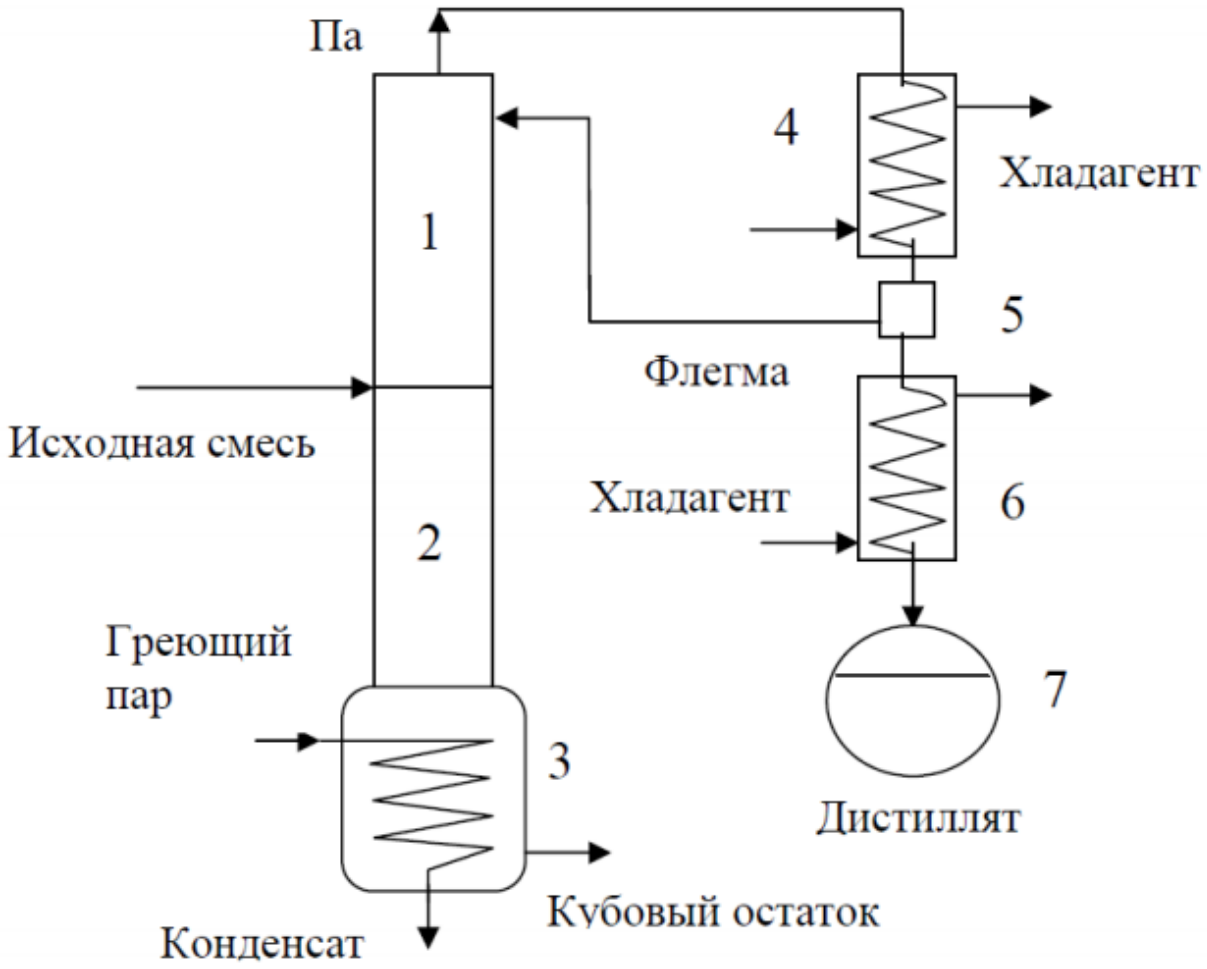


Рис. 4 Принципиальная схема установки ректификации периодического действия:
1 – укрепляющая часть; 2 – исчерпывающая часть; 3 – куб;
4 – дефлегматор; 5 – отделитель флегмы; 6 – холодильник;
7 – сборник дистиллята

Когда процесс ректификации проходит периодически, то смесь заливают в куб колонны, который в этом случае выполняет функцию испарителя, где смесь доводят до кипения и она начинает испаряться.

Пар, который образуется в процессе кипения смеси, поднимается вверх через колонну, при этом он проходит через тарелки, на которых собирается флегма. Флегмой называют жидкость, которая обогащена тяжелолетучим компонентом с высокой температурой кипения. Пар, проходя сквозь флегму, обогащается легколетучим компонентом. В такой установке даже в установившемся режиме концентрации пара и флегмы зависит от времени, а значит, режим работы установки является нестационарным, что, во-первых, усложняет расчет такого процесса, а во-вторых, концентрация легколетучего компонента в кубе будет постоянно снижаться, пока не достигнет своего минимума.

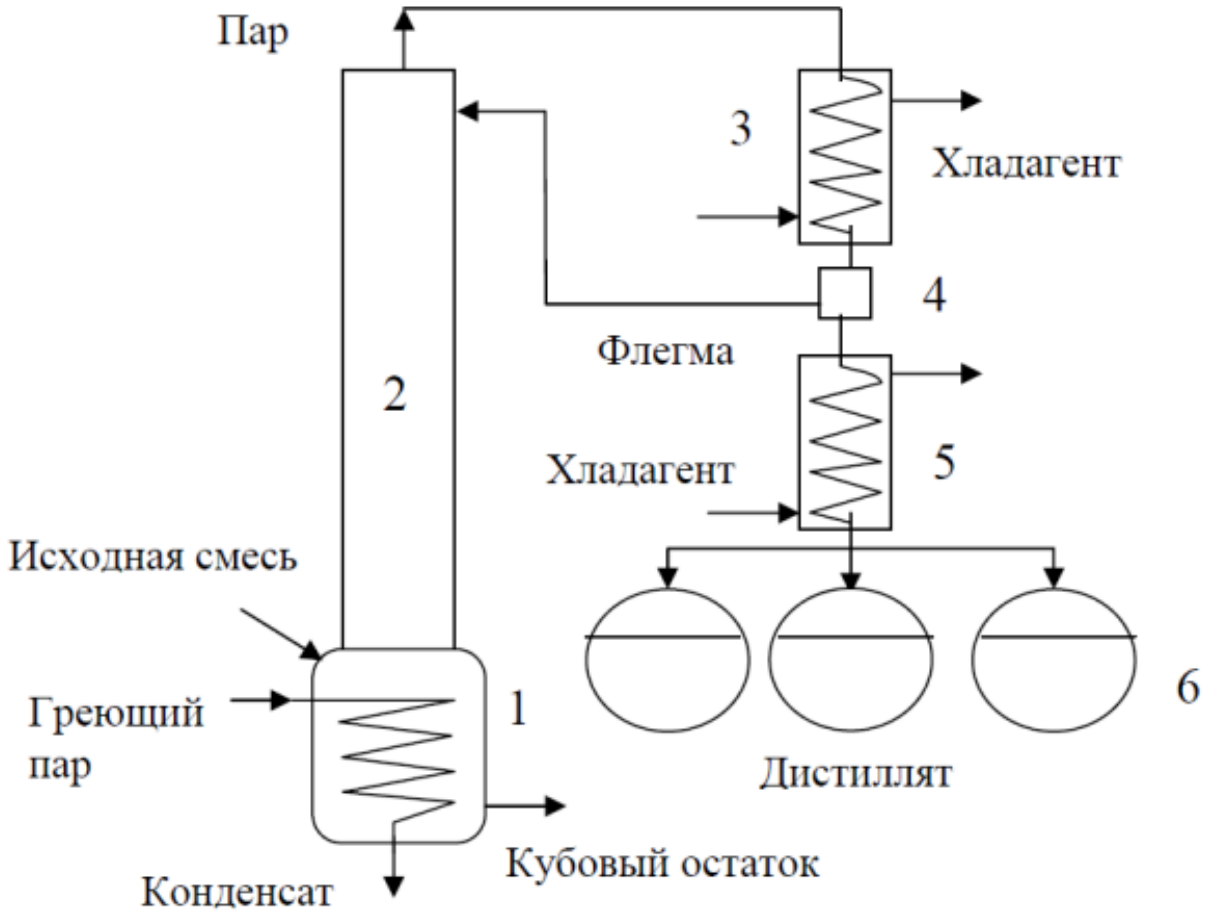


Рис. 5 Принципиальная схема установки ректификации периодического действия:
1 – куб; 2 – разделительная колонна; 3 – дефлегматор;
4 – отделитель флегмы; 5 – холодильник; 6 – сборники дистиллята

Для периодического процесса ректификации характерно частичное испарение исходного раствора, при котором отводится пар, который, в свою очередь, конденсируется, и уже этот конденсат опять испаряется, конденсируется, и так по кругу. Таким образом, получается дистиллят, который обогащен компонентом с низкой температурой кипения.

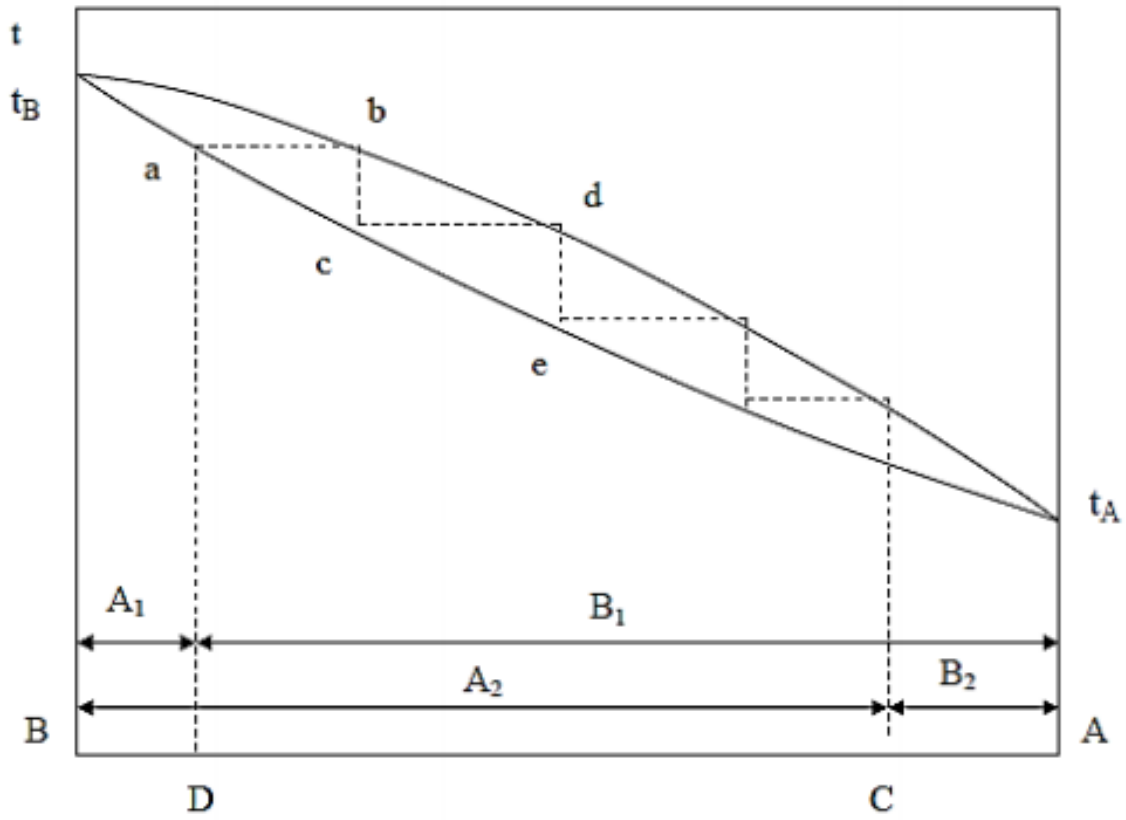


Рис.6 Графическое изображение ректификации с помощью диаграммы t – x

Наглядно этот процесс можно проиллюстрировать построением графика на диаграмме, по одной оси которой (ось ординат) откладывается температура, по другой (ось абсцисс) – состав разделяемой смеси (рисунок 6). Процесс разделения начинается в точке D, в этот момент времени состав смеси содержит большое количество труднолетучего компонента (на рисунке он показан как B), t_B на графике обозначается температура кипения смеси исходного состава. Линия Da показывает, как исходная смесь нагревается до t_B, точка a показывает температуру, при которой смесь закипает и испаряется, точка b показывается состояние этого пара, который уже можно считать обогащенным легколетучим компонентом с более низкой температурой кипения. Этот пар начинают конденсировать, процесс проходит по линии bc, в точке c получается конденсат, который опять можно испарять, чтобы получить пар с новой концентрацией, еще больше по составу приближаясь к точке C. Такой процесс необходимо повторять до тех пор, пока концентрация дистиллята не достигнет точки C.

Из описания процесса становится очевидным, что для осуществления процесса ректификации нужны колонны, в которых будет большая поверхность для реализации контакта между потоками жидкости и пара [2]. Эти колонны могут быть двух типов: барботажный (тарельчатый) (рисунок 7) и насадочный (рисунок 8). Для тарельчатых

колонн можно использовать разные тарелки: колпачковые (показаны на рисунке), ситчатые, решетчатые. Для насадочных ректификационных колонн характерны два вида укладки: регулярная (например, сетка, скрученная в рулон) и нерегулярная (элементы сложной формы, засыпанные навалом). Все колонны разделения работают по единому принципу, их главная задача – осуществить постоянный процесс тепломасообмена между паром и жидкостью [3].

Принцип разделения смеси в колонне с колпачковыми тарелками

Колпачковые тарелки применяют для заметного увеличения площади контакта между паром и жидкостью, поскольку расширенная поверхность улучшает тепло- и массообмен. В испарительной части колонны пар проходит через сопла колпачков и попадает на первую тарелку; колпачки при этом частично погружены в жидкую фазу, поэтому пар проходит через неё в виде пузырьков и поднимается вверх.

Благодаря температурному градиенту происходит обмен теплотой и изменяется концентрация смеси: при соприкосновении с более холодной жидкостью пар охлаждается, и из него конденсируется более тяжёлая, высококипящая фракция – в данном случае это вода. Выделяющаяся при конденсации теплота доводит жидкость до её температуры кипения (температуры кипения смеси спирт–вода), вследствие чего испаряется более лёгкий, низкокипящий компонент – этиловый спирт. В результате на тарелке остаётся обогащённая высокой кипящей фракцией жидкость (вода), а пар, продолжающий путь наверх, обогащается более летучим компонентом (спиртом).

Аналогичные тепло- и массообменные процессы непрерывно происходят и на поверхности насадки в насадочной колонне [4]. В отличии от разделительных колонн, использующих тарелки, при использовании насадки необходимо обеспечить обильное или равномерное орошение насадки для осуществления процесса разделения смеси. Из-за этой особенности сформировалось два рабочих режима насадочных колонн. Первый называется пленочным: в этом случае жидкость стекает по элементам насадки и одновременно омывается газом. Второй режим – эмульгационный: в этом случае вся колонна заполнена жидкостью, а пар барботирует сквозь нее. Для насадочных колонн важно обеспечить меньшее гидравлическое сопротивление по сравнению с тарельчатыми, так как неравномерное распределение жидкости по сечению колонны может привести к недостаточному разделению компонентов, особенно при большом диаметре колонне. Аналогично процессам, протекающим в тарельчатых колоннах, в этом типе колонн пар конденсируется и обогащается легколетучим компонентом, а жидкость испаряется и обогащается тяжелолетучим

компонентом. Жидкость стекает вниз и собирается в кубе, пар, поднимается вверх и выводится из колонны.

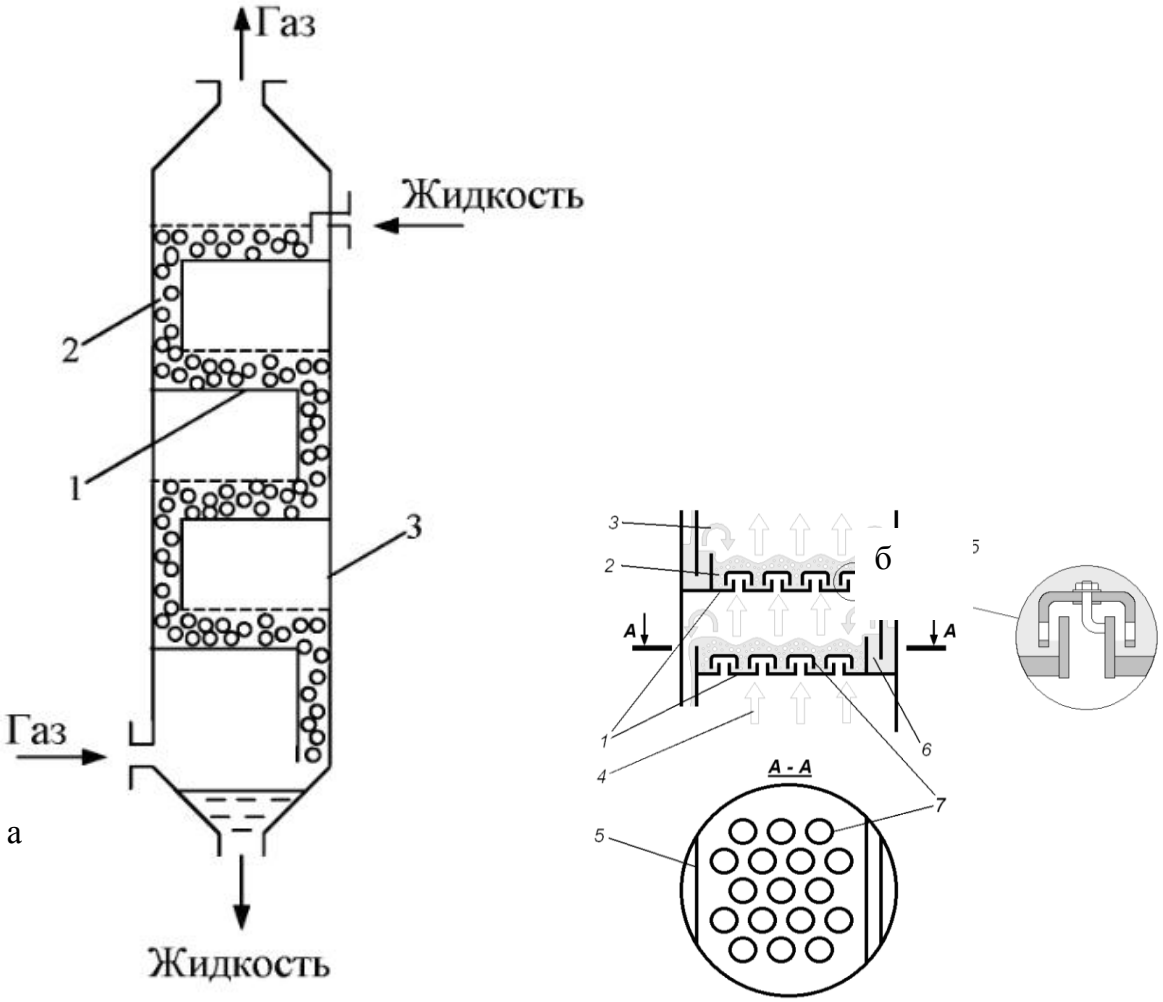


Рис.7 Принципиальная схема тарельчатой ректификационной колонны и колпачковых тарелок:
а) 1 – тарелка; 2 – перегородки; 3 – корпус; б) 1 – тарелки, 2 – барботажный слой, 3 – направление потока жидкости, 4 – направление потока газа, 5 – переливной порог, 6 – гидрозатвор, 7 – колпачки

Основное допущение, применяемое при расчете процесса ректификации – разделяемая смесь подчиняется закону Трутона:

$$\frac{\Delta H_{\text{исп}}}{\text{Т}_{\text{кип}}} = const,$$

где $\Delta H_{\text{исп}}$– изменение мольной энтропии раствора в процессе испарения; $\text{Т}_{\text{кип}}$ – температура кипения смеси.

Закон Трутона не выполняется, если температура кипения жидкости ниже 150 К и при разделении смесей с сильными водородными связями.

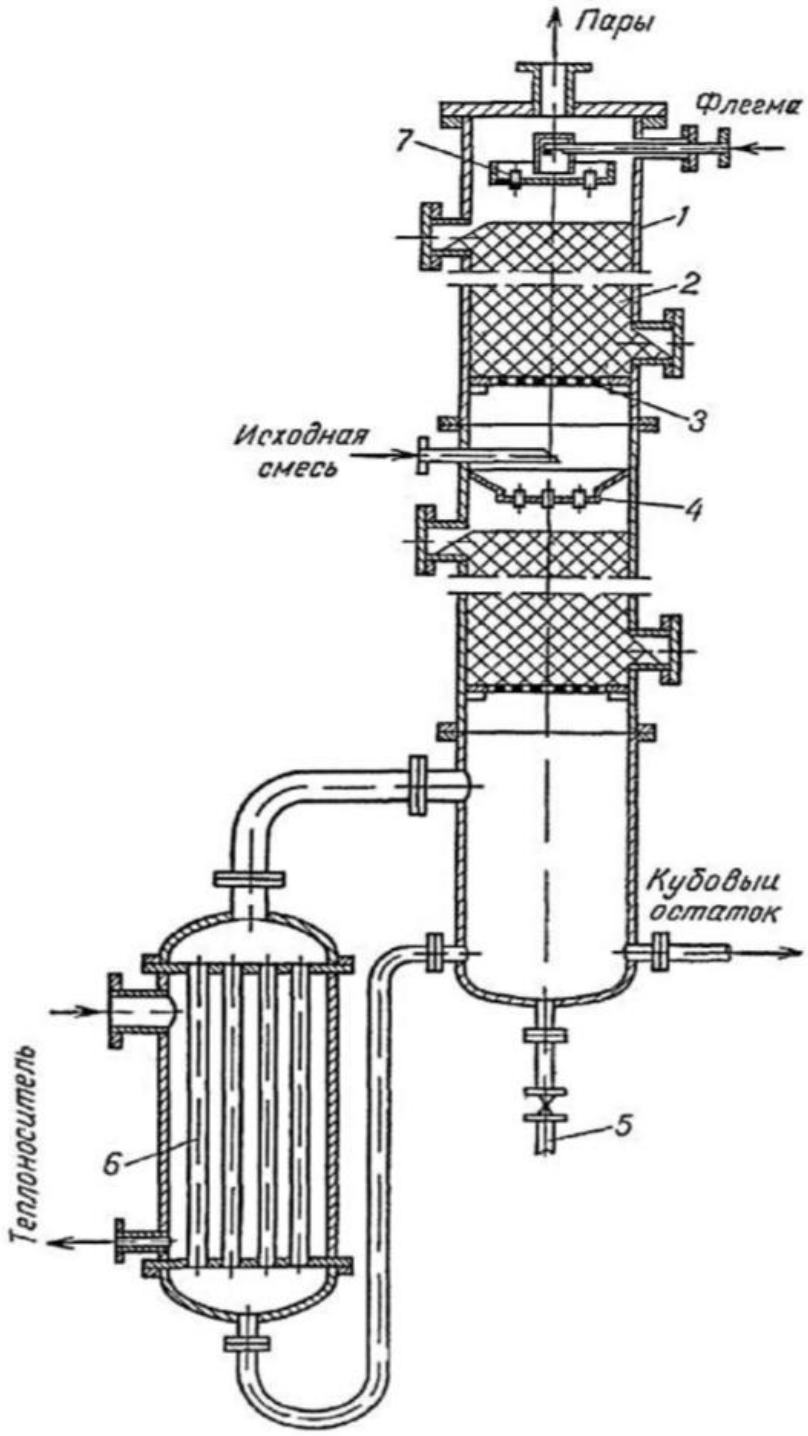


Рис.8 Схема насадочной разделительной колонны с кипятильником:
1 – корпус; 2 – насадка; 3 – опорная решетка; 4 – перераспределитель флегмы; 5 – патрубок для слива кубового остатка; 6 – кипятильник; 7 – ороситель

В данном расчете благодаря применению закона Трутона получаем, что молярные расходы жидкости и газа постоянны в любом сечении колонны [1]. Поэтому весь расчет предлагается вести в мольных величинах и

использовать концентрации, выраженные в мольных долях.

В процессе ректификации исходной смеси при постоянном расходе флегмы (жидкости, которая орошает тарелки), концентрация легколетучего компонента на тарелках и в кубе жидкости будет постепенно снижаться, так как легколетучий компонент постоянно отводится из колонны в виде пара. Для того, чтобы состав дистиллята был постоянным необходимо увеличивать расход флегмы по мере осуществления процесса.

Для расчета процесса ректификации используют графоаналитические методы, .[2,6] например, в этой лабораторной работе применен метод Мак-Кэба и Тиле. Суть этого метода в построении процесса разделения смеси, а именно кривой равновесия и рабочих линий, и расчете колонны с помощью y-x диаграммы (рисунок 9).

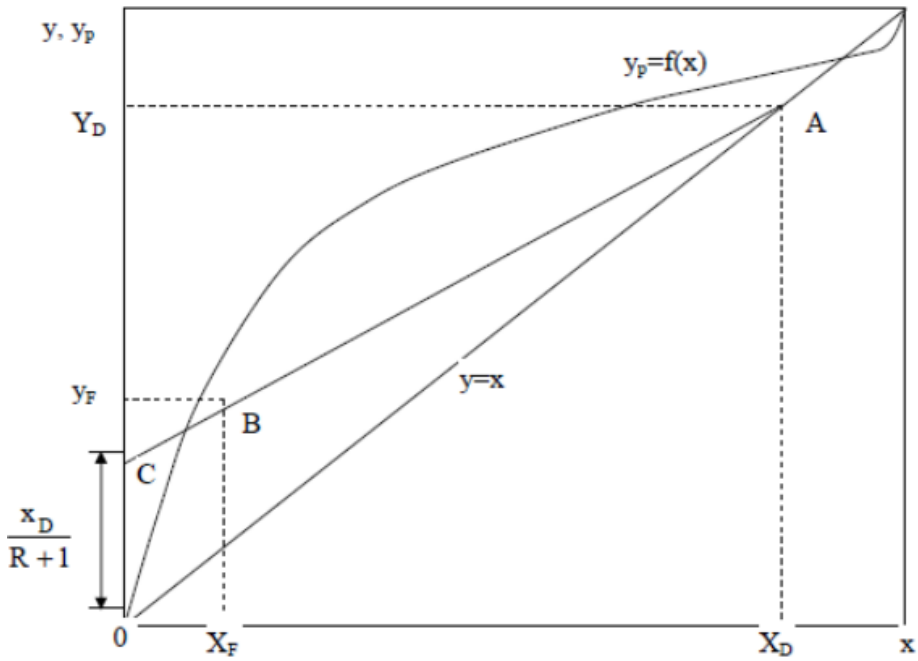


Рис.9 Построение рабочих линий на диаграмме $y(y_p) – x$ для процесса периодической ректификации

Обозначим массу пара, который образуется в кубе колонны за время *t*, как *G*; флегму, которая подается на орошение колонны – *Ф*; массу отобранного продукта *D*, тогда можно записать материальный баланс процесса ректификации в колонне периодического действия:

$$G = Ф + D \quad (1)$$

Все потоки измеряются в кмоль. Поделим все слагаемые уравнения (1) на *D*, тогда получим следующее:

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

где R – флегмовое число, оно показывает, какое количество флегмы (кмоль) нужно подать на орошение в колонну, чтобы получить на выходе один киломоль готового продукта.

Преобразуем выражение (2), получаем уравнение для расчета массы пара, образующегося в колонне:

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

Запишем материальный баланс процесса ректификации по низкокипящему компоненту в следующем виде:

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

где y, x и x_D – концентрации низкокипящего компонента в потоках G, Φ и D соответственно.

Повторим прием, использованный для уравнения (1), разделим правую и левую части уравнения (4) на D:

$$\frac{G}{D}\cdot y = \frac{\Phi}{D}x + x_D \quad (5)$$

Учитывая выражение (2), получаем следующую зависимость:

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

Уравнение (6) называется уравнением рабочей линии процесса и показывает зависимость концентрации низкокипящего легколетучего компонента в паре y от его концентрации в жидкости x. На рисунке 6 рабочая линия показана как прямая АВ. Равновесная линия, характеризующая состав пара, находящегося в равновесии с жидкой фазой, строится в координатах y_p – x на основании экспериментальных данных и позволяет определить значение равновесной концентрации низкокипящего компонента в паровой фазе y_p от текущего его значения в жидкой фазе x: $y_p = f(x)$.

Равновесная концентрация низкокипящего компонента может быть вычислена по закону Рауля, согласна которому относительное понижение упругости паров смеси пропорционально мольной концентрации y_p:

$$y_p = \frac{\alpha x}{1+x(\alpha-1)} \quad (7)$$

где $\alpha = \frac{P_н}{P_в}$ – относительная летучесть низкокипящего компонента;

$P_н$ и $P_в$ – упругость паров низкокипящего легколетучего компонента и упругость паров высококипящего труднолетучего компонента при температуре кипения смеси.

Для построения рабочей линии процесса необходимо выполнить следующие шаги:

1. Строим линию равных концентраций $y=x$ – это диагональ диаграммы.

2. На оси ординат отмечаем концентрации низкокипящего компонента в исходной смеси (x_F) и в дистилляте (x_D).

3. Отмечаем точку А. Она находится на пересечении перпендикуляра, поднимаемого из точки x_D, и линии равновесных концентрации ($x=x_D$).

4. Вычисляем значение выражения $\frac{x_D}{R+1}$. и откладываем это число на оси ординат, получаем положение точки С.

5. Соединяются полученные точки А и С. Точка В получается в результате пересечения отрезка АС и перпендикуляра, поднятого из точки x_F . Построение закончено.

Для корректного построения диаграммы $y(y_p) – x$ необходимо выбрать масштаб по оси x и y одинаковым, значения y, y_p и x изменяются от нуля до единицы (что соответствует содержанию низкокипящего компонента в паре (y) и жидкости (x) от 0 до 100%).

По уравнению массопередачи можно определить массу низкокипящего компонента M, который переходит из жидкой фазы в паровую:

$$M = K_{YV} \cdot V_y - \Delta y_{ср} \quad (8)$$

и

$$M = K_{YF} \cdot F_H - \Delta y_{ср} \quad (9)$$

где M – масса низкокипящего компонента, кмоль/с;

K_{YV}, K_{YF} – коэффициенты массопередачи, отнесенные к единице объема рабочей части аппарата и единице поверхности колонны соответственно, $м^3$, $м^2$;

$\Delta y_{ср}$ – среднее значение движущей силы процесса.

Используя следующие выражения, можно вычислить объем V_Y и площадь поверхности F_H:

$$V = \varepsilon S \cdot H, \quad (10)$$

$$F_H = \Sigma \cdot V, \quad (11)$$

где $S = \pi \cdot d^2 / 4$ – площадь сечения колонны, $м^2$;

d – диаметр колонны, м;

H – высота слоя насадки, м;

Σ – удельная поверхность насадки, $м^2/м^3$;

ε – доля свободного объёма, $м^3/м^3$.

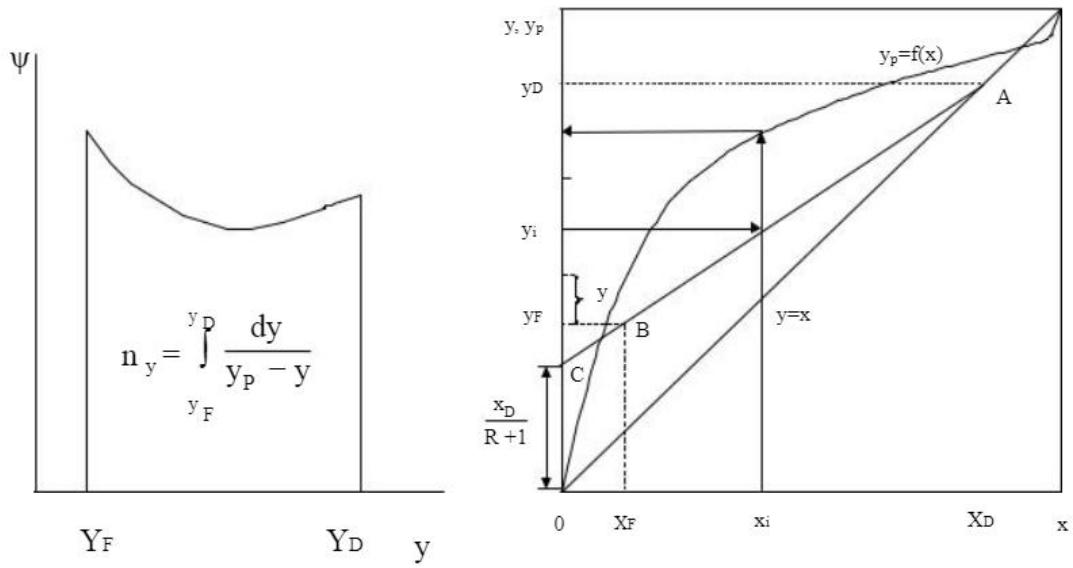
Для определения среднего значения движущей силы процесса используют уравнение:

$$\Delta y_{ср} = \frac{Y_D - Y_F}{\int_{Y_F}^{Y_D} \frac{dy}{y_p - y}} = \frac{Y_D - Y_F}{n_y} \qquad (12)$$

где y_F и y_D – концентрации низкокипящего компонента в исходной смеси и дистилляте соответственно, мольн. доли. Значения y_F и y_D определяются графически по диаграмме y-x (рисунок 7).

$n_y = \int_{Y_F}^{Y_D} \frac{dy}{y_p - y}$ – число единиц переноса по паровой фазе, оно характеризует изменение рабочей концентрации, приходящееся на единицу движущей силы.

Рассчитать аналитически число единиц переноса n_y не представляется возможным. Для определения n_y используют графический метод, в координатах, как показано на рисунке 10а, строится фигура, площадь которой равна интегралу $\int_{Y_F}^{Y_D} \frac{dy}{y_p - y}$ [4].



а б

Рис.10 Определение числа единиц переноса графическим путем

Для построения графика, показанного на рисунке 10а, необходимо выполнить следующие шаги:

1. Построить на диаграмме $y(y_p)$–x равновесную и рабочую линии (рисунок 8б), как было показано ранее.

2. Задать ряд значений от y_F др y_D и графически определить величину движущей силы процесса, равной $(y_p - y)$. Вычисляются значения выражения $\frac{1}{y_p - y}$.

3. Зная y и $\frac{1}{y_p - y}$, строим график $\frac{1}{y_p - y}$=*f(y)* (рисунок 8а), площадь под

кривой на этом графике численно равна числу единиц переноса.

Для определения площади под кривой необходимо разбить всю площадь на малые участки Δy в интервале от y_F до y_D, в узлах интегрирования определяем значения подынтегральной функции: $\psi_i = \frac{1}{y_{pi} - y_i}$

.Определенные графически величины сводим в таблицу 3.

Таблица 3. Определение числа единиц переноса графическим путем

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

Используем метод трапеций для приближенного вычисления определенного интеграла:

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

Зная число единиц переноса n_y , можно определить высоту слоя насадки по формуле

$$H = h_{экв} \cdot n_y \qquad (13)$$

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

Задание

При проведении работы отмечается объем дистиллята, образовавшегося за определенный отрезок времени, и замеряется его концентрация по рефрактометру или при помощи ареометра. Следует помнить, что зависимость плотности спиртового раствора от концентрации на графике дается для температуры 20°С, поэтому пробу перед замером плотности необходимо охладить до соответствующей температуры. Полученные данные сводятся в таблицу 4, и по ним производится расчет процесса.

Таблица 4 Исходные данные, полученные в ходе эксперимента

Концентрация (объемная)	в кубе	n_f (нач. конц.)
		n_f (конечн. конц.)
Концентрация (массовая)		g_f
		g_f

Концентрация (мольная)		x_f (нач)
		x_f (конеч)
Плотность		
		p_f, г/мл
Концентрация (объемная)	дистиллята	n_d
		g_d
Концентрация (мольная)		x_d
Плотность		p_d кг/м^3
Время отбора пробы		t, с
Объем пробы		V, мл
Флегмовое число		R

Порядок проведения расчета

1. Определяем молярные массы спирта, воды и продукта (кг/кмоль):

$$M_D = M_{C2H5OH} \cdot x_D + M_{H2O} \cdot (1 - x_D), \quad (14)$$

где $M_{C2H5OH} = 0{,}046 \frac{кг}{кмоль}$; $M_{H2O} = 0{,}018 \frac{кг}{кмоль}$.

2. Рассчитываем производительности колонны, D (моль/с):

$$D = \frac{V \cdot \rho_D \cdot 10^{-6}}{t \cdot M_D}. \quad (15)$$

3. Определяем мольный расход флегмы, Ф (моль/с):

$$\Phi = D \cdot R. \quad (16)$$

4. Определяем мольный расход пара, G(моль/с):

$$G = \Phi + D. \quad (17)$$

5. Определяем число молей низкокипящего компонента *M*, перешедшего из жидкой фазы в паровую за время *t*. Для этого на диаграмме $y(y_p)$-x строят рабочую линию процесса $y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1}$ (линия АВ). Для точек А и В определяют концентрации y_D и y_F (как показано на рисунке 7).

Тогда по уравнению материального баланса по низкокипящему компоненту получаем:

$$M = G \cdot (y_D - y_F) \quad (18)$$

6. Рассчитываем средней движущей силы процесса выполняют по формуле 12 и методике описанной выше.

7.Определяем объем по формуле (10), учитывая что $S = \frac{\pi \cdot d_k^{\,2}}{4}$,

получаем:

$$V = \frac{H \cdot \pi \cdot d_k{}^2}{4}.$$

8.Определяем площадь поверхности по формуле (11).

В таблице 5 показаны значения необходимые для определения объема и площади поверхности ректификационной колонны.

9. Определяем коэффициенты массопередачи K_{YF}, K_{YV}, и высоту единицы переноса $h_{экв}$ по опытным данным:

$$K_{yf} = \frac{M}{F \cdot \Delta y_{cp}};$$

$$K_{yv} = \frac{M}{V \cdot \Delta y_{cp}};$$

$$h_{экв} = \frac{H}{n_y}. \qquad (19)$$

Таблица 5.Технические характеристики ректификационной колонны

Диаметр колонны, d_k	0,06	м
Высота колонны, Н	1	м
Удельная поверхность насадки, Σ	2070	$\frac{м^2}{м^3}$
Доля свободного объема, ε	0,7	-

10. Рассчитываем высоту насадки, эквивалентной одной единице переноса, по критериальному уравнению:

$$h_э = 52 \cdot d_э \cdot \frac{Re_y^{0,2}\left(\frac{G}{L}\right)^{0,35}\left(\frac{\rho_x}{\rho_y}\right)^{0,2}\lg\left(\frac{L}{mG}\right)}{1-m\cdot\frac{G}{L}} \qquad (20)$$

где $d_э = \frac{4\varepsilon}{\sigma}$ – эквивалентный диаметр насадки, м;

ε – доля свободного слоя насадки, $м^3/м^3$;

σ – удельная поверхность насадки, $м^2/м^3$;

Re_y – число Рейнольдса для паровой фазы, равное

$$Re_y = \frac{\omega_y d_э \rho_y}{\varepsilon \mu_y}, \qquad (21)$$

где ρ_y – плотность паровой фазы, $кг/м^3$ [3].;

ρ_y – плотность жидкой фазы, $кг/м^3$ [3].;

μ_y – динамический коэффициент вязкости паровой фазы, Па·с [3];

ω_y - скорость пара, отнесенная к полному сечению колонны, м/с;

m – тангенс угла наклона кривой равновесия;

G/L=(R+1)/R – соотношение расходов пара и жидкости.

11. Определяем среднюю плотность пара в колонне:

$$\rho_y = \frac{M_{cp}}{22{,}4} \cdot \frac{T_0}{T_0 + t_{cp}} \ , \qquad (22)$$

где T_0 – температура при нормальных условиях,

M_{cp}– средняя молекулярная масса паровой фазы:

$$M_{cp} = M_{C2H5OH} y_{cp} + (1 - y_{cp}) M_{H2O}$$

12. Определяем среднее значение скорости пара в колонне, м/с:

$$\omega_y = \frac{G M_{cp}}{0{,}785 d_k^2 \cdot \rho_y}, \qquad (23)$$

где d_k – диаметр колонны.

13. Определяем вязкость паровой фазы, Па·с:

$$\mu_y = \frac{M_{cp}}{\frac{y_{cp} M_A}{\mu_A} + \frac{(1 - y_{cp}) M_B}{\mu_B}} \qquad (24)$$

где μ_A, μ_B – динамические вязкости спирта и воды, соответственно.

14. Рассчитываем эквивалентный диаметр насадки

$$d_э = \frac{4\varepsilon}{\sigma} \qquad (25)$$

15. Определяем число Рейнольдса в ректификационной колонне по (21).

16. Делаем выводы по работе.

Примеры построения рисунка 10а и б с помощью Excel показаны на рисунках 11 и 12 соответственно.

Контрольные вопросы:

1. В чем состоит физическая сущность процесса ректификации?

2. По схеме ректификационной установки рассказать принцип ее работы.

3. Записать материальный баланс ректификационной колонны, в том числе по нижекипящему компоненту.

4. Какие основные допущения были приняты при расчете процесса ректификации?

5. Как выполняется построение рабочих линий процесса ректификации?

6. Как изображают процесса ректификации на фазовой диаграмме x-y?

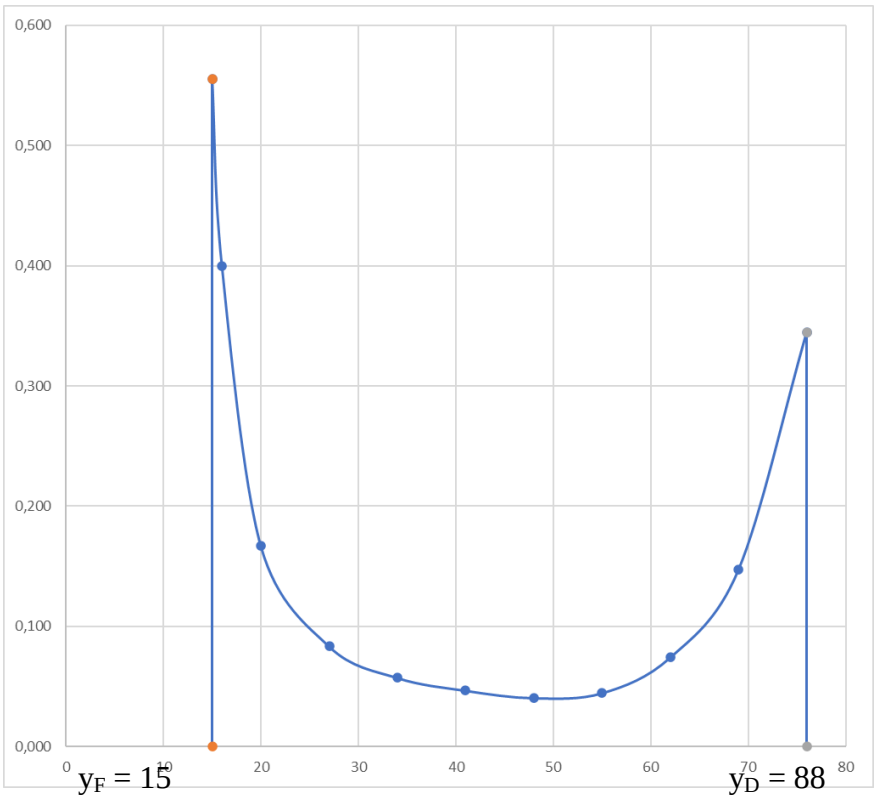


Рис. 11 График для определения числа переноса по паровой фазе

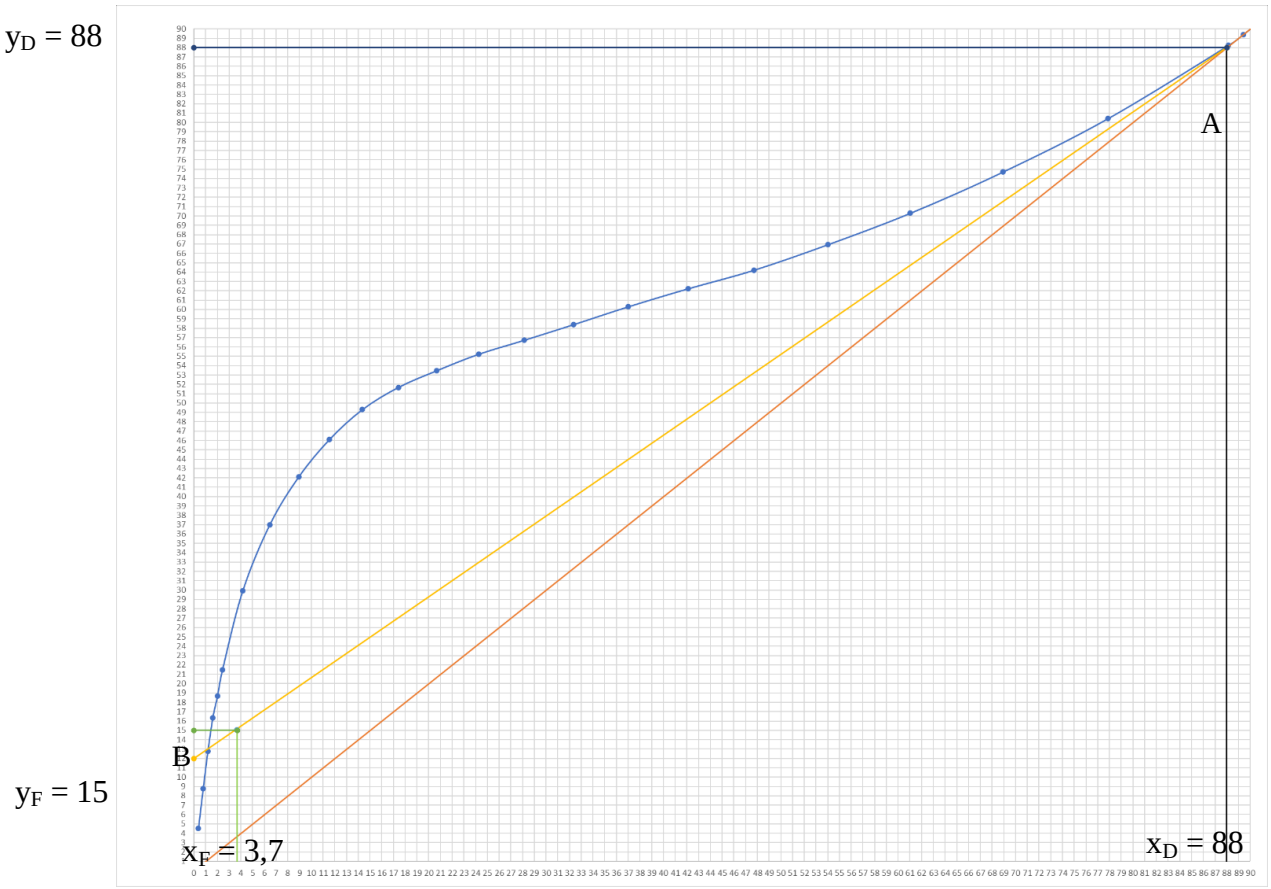


Рис.12 Построение графика рабочих линий процесса и теоретических тарелок

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

Исследование процесса периодической дистилляции с дефлегмацией

Цель работы: исследование процесса периодической дистилляции с дефлегмацией.

Для достижения поставленной цели необходимо решить ряд задач:

1. Практическое ознакомление с устройством и принципом работы установки периодической дистилляции с дефлегмацией.
2. Составление материального и теплового балансов процесса.
3. Построение изображения процесса на диаграмме составов.

Теоретические сведения

Дистилляция (перегонка) представляет собой процесс частичного испарения смеси с последующей конденсацией пара; в результате получают продукт с изменённой концентрацией — дистиллят. В нём доля более летучего компонента выше, чем в исходном веществе, а то, что не испарилось, остаётся в кубе колонны как остаток.

Разделение при дистилляции основывается на различиях температур кипения, парциальных давлений и летучести компонентов смеси. Метод эффективен для отделения преимущественно летучих веществ от смеси с более труднолетучим компонентом. Простая перегонка также может выполнять начальную очистку смеси от примесей, например, смол и загрязнений.

В результате конденсации пар превращается в дистиллят, а неиспарившаяся часть остаётся в кубе как остаток. Чаще процесс проводят периодически: исходную жидкость кипятят, пары отводят и конденсируют в сборник; по мере осуществления процесса доля лёгколетучего компонента в оставшейся жидкости уменьшается, поэтому состав дистиллята изменяется: в начале перегонки он больше насыщен летучим компонентом, чем в конце процесса. При необходимости перегонку выполняют под вакуумом, чтобы снизить температуру кипения, либо можно выполнять при атмосферном давлении.

Для более точного разделения применяют фракционную (дробную) перегонку, позволяющую получать фракции с различным составом. На иллюстрации (рис. 13) показана последовательность простого аппарата: исходная смесь в кубе 1 кипит, пары поступают в конденсатор 2, где охлаждаются и конденсируются в дистиллят, который собирается в приёмнике 3; по завершении перегонки остаток сливают из куба и загружают новую порцию. При использовании дефлегматора 4 (рисунок 13 б) жидкость из 4 возвращается в куб 1, это позволяет получать более чистый

продукт. Использование ректификационной колонны, как показано на рисунке 13 в, дает наиболее чистый продукт и такой метод будет рассмотрен в данной лабораторной работе.

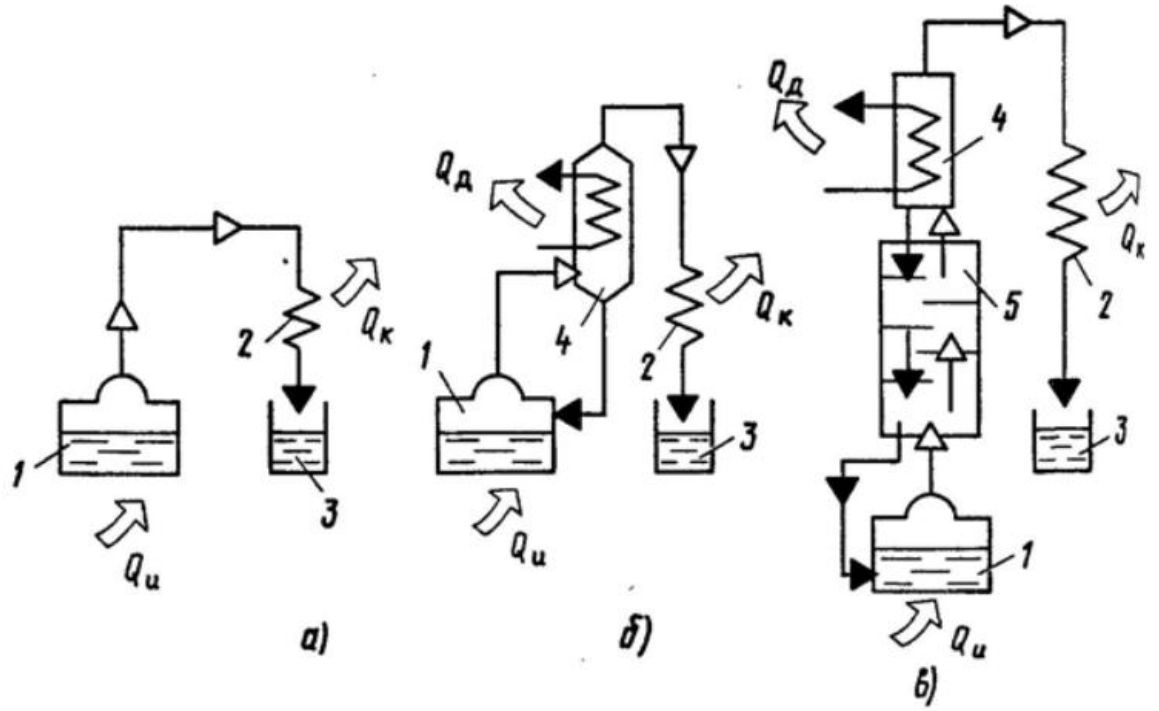


Рис. 13 Принципиальная схема установки для простой перегонки (а), перегонки с дефлегмацией (б) и установки с ректификационной колонной (в):
1 – куб-испаритель, 2 – конденсатор, 3 – сборник, 4 – дефлегматор,
5 – ректификационная колонна

При анализе процесса простой перегонки принимаем, что пар и жидкость находятся в равновесии в любой момент времени.

Примем следующие обозначения для описания процесса:

L – количество жидкости в некоторый момент времени,

x – содержанием низкокипящего легколетучего компонента в жидкости;

y_p – содержанием низкокипящего легколетучего компонента в паре над жидкостью.

Состав пара над жидкостью является функций от x: $y_p = f(x)$.

Если принять, что за бесконечно малый промежуток времени количество жидкости изменяются на dL и состав на dx , то есть:

$$L - dL \text{ и } x - dx,$$

а количество образующегося за этот промежуток времени пара равно уменьшению количества жидкости dL, а его состав y_p является равновесным с x, то уравнение материального баланса по низкокипящему компоненту за это время:

$$Lx = (L - dL) \cdot (x - dx) + dL \cdot y_p =$$
$$= L \cdot x - dL \cdot x - L \cdot dx + dL \cdot dx + dL \cdot y_p \quad (26)$$

где Lx – в начальный момент времени содержание низкокипящего компонента в жидкости;

$(L - dL)\ (x - dx)$ – содержание низкокипящего компонента в конце рассматриваемого промежутка;

$dL \cdot y_p$ – количество низкокипящего компонента, перешедшего в пар за это время.

Величина $dLdx$ является бесконечно малой величиной второго порядка и ей можно пренебречь.

Проведем ряд преобразований уравнения (26) и получим:

$$\frac{dL}{L} = dx/(y_p - x) \quad (27)$$

Проинтегрировав выражение 27 в пределах от x_F до x_W и от L=F (т.е начальное количество разделяемой смеси) до L=W (конечное количество этой смеси), получим

$$\int_W^F \frac{dL}{L} = \int_{x_W}^{x_F} [dx/(y_p - x)]$$

и

$$\ln \frac{F}{W} = \int_{x_W}^{x_F} [dx/(y_p - x)] \quad (28)$$

В уравнении (28) функция $y_p=f(x)$ выражается кривой равновесия, которая является специфической для каждой системы жидкость - пар. Поэтому такое уравнение обычно решают графически, т.е. построением зависимости $1/(yp - x) = f(x)$.

Запишем материальный баланс процесса для определения количества получаемого дистиллята:

$$D = F - W.$$

Для того, чтобы определить количество получаемого кубового остатка W используют уравнение (28), где F – масса исходной смеси, x_F – концентрация нижекипящего компонента в этой смеси и x_W –концентрация кубового остатка являются известными (либо заданными, либо измеренными) величинами.

Записав уравнение материального баланса по нижекипящему компоненту, можно определить средний состав получаемого дистиллята $x_{D_{ср}}$:

$$F \cdot x_F = W \cdot x_w + (F - W)\, x_{Dcp} \quad (29)$$

Откуда получаем:

$$x_{Dcp} = (W_{x_W} - F_{x_F})/(F - W) \quad (30)$$

При расчете простой перегонки обычно определяют количество и средний состав дистиллята, состав кубового остатка [3].

Рассмотрим подробнее процесс простой перегонки с применением дефлегмации (рисунок 13б). Для записи материального баланса дефлегматора необходимо принять допущение, что поток флегмы, возвращаемый в куб, с концентрацией низкокипящего компонента $x_Ф$ находится в равновесии с остаточным паром, имеющим концентрацию $y_{рФ}$ того же компонента, тогда

$$\beta \cdot x_ф dG + (1 - \beta) y_{рФ} \cdot dG = y dG, \quad (31)$$

где y – концентрация низкокипящего компонента в паре перед дефлегматором;

dG – количество пара, которое образуется в процессе;

$\beta \cdot dG$ – количество флегмы.

Используя уравнение (31) получаем:

$$\frac{y - x_ф}{y_{рФ} - y} = (1 - \beta) \quad (32)$$

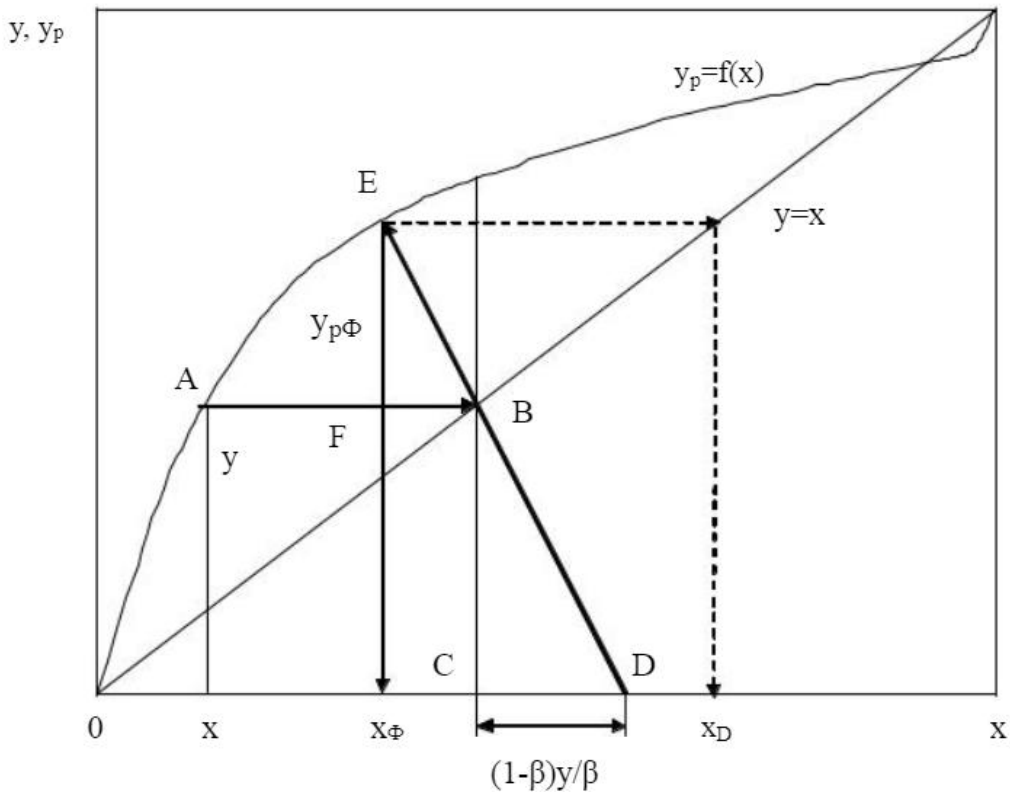


Рис. 14 К расчету процесса дистилляции с дефлегмацией

В периодическом процессе дистилляции величины x, y, $x_Ф$, $y_{рФ}$ непрерывно изменяются, поскольку из системы непрерывно отводится

дистиллят. Мгновенные значения $x_Ф$, $y_{рФ}$ легко определить графическим путем, используя диаграмму равновесия y - x (рисунок 14). Из точки A (x, y), соответствующей мгновенному составу пара на выходе из дистилляционного куба, проведем горизонтальную прямую линию AB до пересечения с диагональю диаграммы. Опускаем перпендикуляр BC. От точки C по оси абсцисс вправо откладываем отрезок $\overline{CD} = [(1-\beta/\beta)y]$. Из точки D через точку B проводим наклонную линию до пересечения с кривой равновесия. Ордината точки E выражает искомую концентрацию $y_{рф}$ пара, выходящего из дефлегматора. Отметим, что $x_D = y_{рф}$. [4].

Уравнение (28) можно применять и для дистилляции с дефлегмацией, но при этом надо провести замену x на $y_{рф}$, тогда уравнение 28 будет таким:

$$\ln \frac{F}{W} = \int_{x_W}^{x_F} [dx/(y_{рФ} - x)] \qquad (33)$$

На рисунке 15 показана схема лабораторной установки для изучения процессе перегонки.

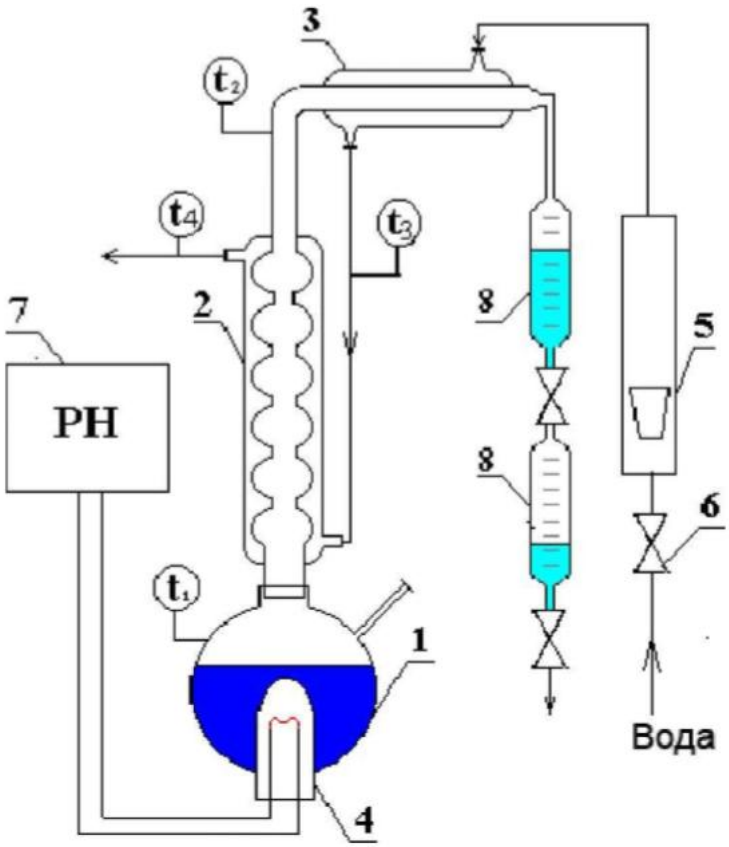


Рис. 15 Схема лабораторной установки для исследования процесса дистилляции

На схеме (рис. 15) показана установка, включающая перегонный куб 1, дефлегматор 2 и конденсатор-холодильник 3. Внутри куба расположен электрический ТЭН 4, мощность которого регулируют изменением подачи

напряжения с помощью регулятора 7. В дефлегматоре на внутренних поверхностях конденсируются пары, образующиеся при кипении в кубе, причём в остающейся паровой фазе увеличивается доля более летучего компонента. Далее пар направляется в теплообменник-конденсатор 3, где он охлаждается и превращается в жидкость; полученный дистиллят стекает в приёмник 8. Охлаждение конденсатора обеспечивается проточной водой; её расход регулируют вентилем 6 и контролируют ротаметром 5.

При работе установки измеряют температуру в кубе t_b, температуру паровой фазы на выходе из дефлегматора t_2, температуру охлаждающей воды на входе и выходе из рубашки дефлегматора t_3, t_4 с помощью ртутных термометров.

Задание

Во время проведения лабораторной работы фиксируется объем дистиллята, полученного за заданный период времени, определяется его концентрация с помощью рефрактометра или ареометра. Важно учитывать, что график зависимости плотности спиртового раствора от концентрации рассчитан для температуры 20°C, поэтому перед измерением плотности пробу нужно охладить до этой температуры.

Дополнительно берутся две пробы кубовой жидкости – в начале и конце перегонки – в объеме, достаточном для замера показателя преломления на рефрактометре.

В процессе перегонки через равные интервалы записываются данные термометров. Все результаты заносятся в таблицу 6 для последующего расчета.

Таблица 6. Данные, полученные в ходе эксперимента

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

Начальная концентрация в кубе (исходной смеси), мас. доли x_F =;
Концентрация в кубе конечная (кубового остатка), мас. доли x_W=;
Концентрация дистиллята, мас. доли $x_{D\text{ср}}$= ;
Плотность дистиллята, кг/м^3 ρ_D= ;

Масса исходной смеси, кг F= .

При необходимости физический эксперимент может быть промоделирован на виртуальном лабораторном стенде с помощью компьютера.

Порядок расчета

1. Используя данные эксперимента, строим на диаграмме $y(y_p)-x$ равновесную линию процесса y_p=f(x) и линию равных составов y=x (диагональ диаграммы).

2. Для пересчета концентраций x_F, x_W , x_D= $x_{Dср}$ из массовых в мольные используем выражение::

$$x = \frac{\frac{x}{M_{ЛЛК}}}{\frac{x}{M_{ЛЛК}}+\frac{1-x}{M_{ТЛК}}} \quad (34)$$

где $M_{ллк}$, $M_{тлк}$ – молекулярные массы легко и труднолетучего компонентов соответственно [8].

Полученные значения откладываем на оси абсцисс диаграммы y(y_p)-x.

3. Для определения средней молекулярной массы дистиллята используем выражение:

$$M_D = X_D \cdot M_{ЛЛК} + (1 - X_D)M_{ТЛК} \quad (35)$$

4. Для определения средней производительности по дистилляту G_D , моль/с используем следующую зависимость:

$$G_D = \frac{V \rho_D \cdot 10^{-3}}{\tau \cdot M_D} \quad (36)$$

5.Находим тепловую нагрузку дефлегматора согласно формуле:

$$Q_Д = G_B c_B (t_4 - t_3) \quad (37)$$

где c_B – теплоемкость воды, Дж/(кг·град);

t_3 и t_4 – средние за время проведения опыта температуры воды на входе и выходе из дефлегматора соответственно.

6. Для нахождения расхода паровой фазы G (моль/с), поступающей в дефлегматор, используем выражение:

$$G = \frac{Q_Д}{r^*} + G_D \quad (38)$$

где r^* – мольная теплота парообразования.

В данном случае, вследствие близости мольных теплот испарения компонентов, в расчетах можно принять среднее значение r^*=40522 Дж/моль [3].

7. Из материального баланса дефлегматора определим долю пара, сконденсированного в дефлегматоре:

$$\beta=1–D/G. \quad (39)$$

где D – масса дистиллята:

$$D = \frac{V\ \rho_D \cdot 10^{-3}}{M_D} \quad (40)$$

9. Зная количество исходной смеси F и массу дистиллята D, определяем количество кубового остатка:

$$W=F–D \quad (41)$$

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

$$x_{Dcp} = (F_{xF} - W_{xW})/(F - W) \quad (42)$$

11. Выполняем построение процесса на диаграмме составов, как показано на рисунке 12, для построения принимаем, что $x=0{,}5(x_F+x_W)$.

12. Полученную концентрацию дистиллята x_F сравниваем с экспериментальным значением. На основе этого делаются выводы по работе.

В случае использования виртуального лабораторного стенда исходными данными для расчета являются:

доля сконденсированного пара β;

концентрация исходной смеси, мас. доли x_F= ;

масса исходной смеси, кг F= ;

масса дистиллята, кг D= ;

средняя концентрация ЛЛК в кубе, мас. доли x_F=;

средняя концентрация ЛЛК в дистилляте, мас. доли x_{Dcp} = ,

плотность дистиллята, кг/м^3 ρ_D= ;

время процесса, с τ= .

В результате расчета необходимо определить x_{Dcp}. Для этого необходимо выполнить следующий пошаговый расчет. Пункты 1 и 2 совпадают с расчетом при проведении натурного эксперимента.

1. Значения концентраций x_F, x_W , x_D= x_{Dcp} пересчитываем из массовых долей в мольные единицы по формуле (34).

2. Находим среднюю молекулярную массу дистиллята M_D, используя формулу (35).

3. Чтобы найти среднюю производительность по дистилляту G_D , моль/с используем следующее выражение:

$$G_D = 1000\ D/(\tau\ M_D) \quad (43)$$

4. Для определения расхода паровой фазы применяем зависимость:

$$G = G_D/(1 - \beta) \quad (44)$$

5.Для расчета тепловой нагрузки дефлегматора используем формулу:

$$Q_д = (G - G_d)\, r^* \quad (45)$$

6. По рекомендациям данным выше необходимо выполняем графическое построение процесса на диаграмме составов, как показано на рисунке 12.

7. После этого определяем количество кубового остатка, так как потоки F и D являются известными величинами:

$$W=F–D \quad (46)$$

8.Находим средний состав получаемого дистиллята $x_{Dср}$ из уравнения материального баланса по легколетучему компоненту:

$$x_{Dcp} = \frac{F \cdot x_P - w \cdot x_W}{F - W} \quad (47)$$

9. Полученную концентрацию дистиллята $x_{Dср}$ сравниваем с экспериментальным значением. На основе этого делаем выводы по работе.

Контрольные вопросы:

1. В чем состоит физическая сущность процесса дистилляции (простой перегонки)?

2. Покажите принцип осуществления процесса дистилляции с помощью иллюстрации процесса на диаграмме температура-состав.

3. Покажите основные принципы работы установок для простой перегонки и дистилляции с дефлегмацией, сделайте акцент на различиях этих процессов.

4. Запишите материальный баланс процесса дистилляции, в том числе по нижекипящему компоненту.

5. Изобразите процесса дистилляции на фазовой диаграмме x-y.

Список литературы:

1. Николаев В.В., Бусыгина Н.В., Бусыгин И.Г. Основные процессы физической и физико-химической переработки газа. М.: Издательство "Недра", 1998, 184 с.
2. Борзенко Е.И., Логвиненко Е.В. Расчет колонны двукратной ректификации воздуха с помощью i-x диаграммы: Учеб.- метод. пособие.– СПб.: Университет ИТМО, 2016 - 36 с.
3. Плановский, А.Н. Процессы и аппараты химической и нефтехимической технологии / А.Н. Плановский, П.И. Николаев М.: Химия, 1987. 496 с.
4. Массообменные процессы : лабораторный практикум / А. Г. Липин и др.; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2012. - 117 с.].
5. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии: Учебник. — М.: Альянс, 2004. — 753 с.
6. Акулов Л.А., Холодковский С.В. Испытание установки получения жидкого азота (ЗИФ-702) с криогенной газовой машиной: Метод. указания к лабораторной работе для студентов спец. 070200 и 101700. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2002. – 26 с
7. Бродянский В. М. От твердой воды до жидкого гелия (история холода). – М.: Энергоатомиздат, 1995. – 336 с
8. Акулов Л.А., Борзенко Е.И., Зайцев А.В. Теплофизические свойства и фазовое равновесие криопродуктов: Справочник. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2009, 567 с.

Логвиненко Екатерина Владимировна

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ на установке ректификации

Учебно-методическое пособие

В авторской редакции
Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО
Зав. РИО Н.Ф. Гусарова
Подписано к печати
Заказ №
Тираж
Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел
Университета ИТМО
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, литер А