МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«КУЗБАССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Т. Ф. ГОРБАЧЕВА»

Кафедра энергоресурсосберегающих процессов
в химической и нефтегазовой технологиях

РАЗДЕЛЕНИЕ БИНАРНОЙ СМЕСИ НА РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЕ

Методические указания к лабораторной работе № 9 по дисциплине
«Процессы и аппараты химической технологии»
для обучающихся направлений подготовки
18.03.02 Энерго- и ресурсосберегающие процессы
в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии,
18.03.01 Химическая технология,
20.03.01 Техносферная безопасность
всех форм обучения

Составители Г. С. Михайлов
Н. В. Тиунова
П. Т. Петрик

Рассмотрены и утверждены
на заседании кафедры
Протокол № 2 от 09.10.2018
Рекомендованы к печати
учебно-методической комиссией
направления подготовки 18.03.02
Протокол № 2 от 09.10.2018
Электронная копия находится
в библиотеке КузГТУ

Кемерово 2018

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Цель работы – определение разделительной способности ректификационной насадочной колонны.

2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Ректификацией называется процесс разделения жидких смесей на отдельные компоненты или на фракции, осуществляемый в колонных аппаратах. В колоннах в результате тепломассообмена между неравновесными потоками жидкости и пара паровая фаза постепенно обогащается низкокипящим компонентом (НКК), а жидкая фаза – высококипящим компонентом (ВКК). При противоточном движении жидкости и пара можно получить фракции НКК и ВКК высокой степени чистоты.

На практике разделение жидких смесей часто проводится в насадочных ректификационных колоннах периодического действия (рис. 1). В качестве насадки используются тела различной геометрической формы, например, керамические или стеклянные кольца, отрезки металлической спирали и т. д. Применение насадки позволяет в процессе тепломассообмена создавать развитую поверхность контакта между потоками пара и пленкой жидкости, омывающей элементы насадки.

Исходная смесь, подлежащая разделению, загружается в питающую емкость – куб 1, жидкость в кубе нагревается до кипения и образующиеся пары из куба поступают в колонну 3, заполненную насадкой. При прохождении снизу вверх через слой орошаемой насадки пары обогащаются НКК, и из верхней части колонны направляются в холодильник – дефлегматор 4. В дефлегматоре пары конденсируются. Часть конденсата (флегма) направляется на орошение насадки в колонне, другая часть (дистиллят) после охлаждения в холодильнике 6 отбирается в один из сборников 7, 8 фракций НКК. Жидкая фаза (флегма) при движении сверху вниз постепенно обогащается ВКК. ВКК концентрируется в кубовом остатке. По окончании разгонки оставшаяся в кубе жидкость удаляется, и операция повторяется со следующей загрузкой.

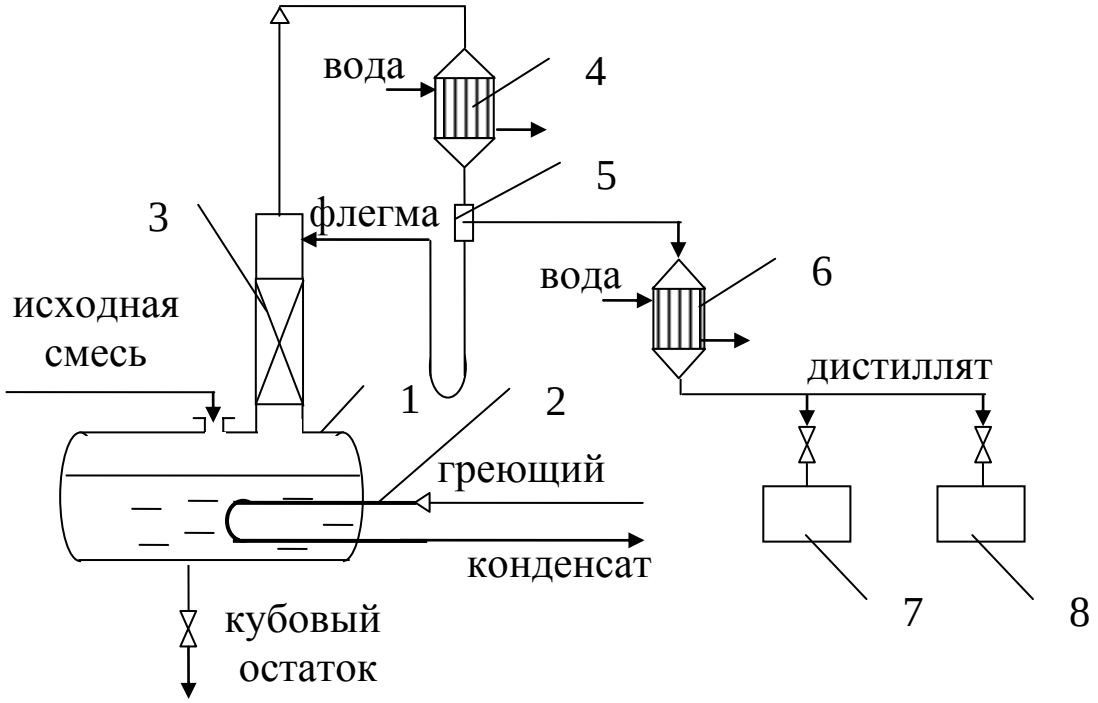


Рис. 1. Принципиальная схема ректификационной установки периодического действия: 1 – куб; 2 – кипятильник; 3 – ректификационная колонна с насадкой; 4 – дефлегматор; 5 – разделительный стакан; 6 – холодильник; 7, 8 – сборники фракций дистиллята

В начале процесса периодической ректификации (пусковой период) отбор дистиллята не производится и весь конденсат из дефлегматора направляется на орошение колонны (колонна работает «на себя»). Через определенный промежуток времени устанавливается стационарный режим работы и достигается наибольшая для данной колонны степень разделения исходной смеси.

Для оценки разделительной способности колонны используется параметр (f), называемый *коэффициентом разделения*:

$$f = \frac{(1 - x_w)\, x_D}{(1 - x_D)\, x_w}, \qquad (1)$$

где x_w и x_D – молярные доли НКК в кубе и дистилляте.

Между f, свойствами разделяемой смеси и массообменными характеристиками колонны существует зависимость, которую можно найти из решения уравнения материального баланса по НКК для колонны, работающей на себя (в безотборном режиме).

При достижении стационарного состояния, характеризуемого постоянством составов жидкости и пара, реализуется режим стабилизированной ректификации. Особенность данного режима состоит в том, что для его математического описания можно использовать метод, применяемый для описания непрерывной ректификации. На рис. 2 представлена схема материальных потоков в насадочной колонне, работающей в режиме стабилизированной ректификации.

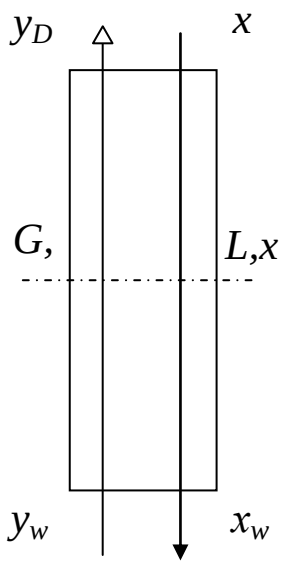


Рис. 2. Схема потоков жидкости и пара в ректификационной колонне: L – поток жидкости (флегмы), моль/с; G – поток пара, моль/с; y, x – составы пара и жидкости

Запишем для НКК дифференциальное уравнение материального баланса (2) и уравнение массопередачи (3):

$$-Ldx = Gdy, \tag{2}$$

$$Ldx = K_y dF\left(y - y^*\right), \tag{3}$$

где y, y^* – рабочая и равновесная концентрации НКК в данном сечении колонны, молярные доли; F – площадь поверхности массообмена, м^2; K_y – коэффициент массопередачи, кмоль/(м^2 · с).

После интегрирования уравнения (2) в пределах текущих значений x и y получаем уравнения рабочей линии колонны:

$$y = \frac{L}{G}x - \frac{L}{G}x_w + y_w. \tag{4}$$

В безотборном режиме $L = G$. Приняв допущения о том, что состав пара и жидкости в кубе равны $\left(y_w = x_w\right)$, уравнение (4) преобразуется к виду

$$y = x. \tag{5}$$

Для идеальных смесей связь между равновесными составами пара и жидкости описывается уравнением

$$y^* = mx = \frac{\alpha x}{1 + \left(\alpha - 1\right)x}, \tag{6}$$

где $m = \dfrac{\alpha}{1 + \left(\alpha - 1\right)x}$ – коэффициент распределения; α – коэффициент относительной летучести.

Принимая во внимание, что $K_y = \dfrac{K_x}{m}$, и учитывая уравнения (5) и (6), уравнение (3) представим в форме выражения

$$\int \frac{\alpha dx}{x\left(\alpha - 1\right)\left(1 - x\right)} = n_{0x}, \tag{7}$$

где $n_{0x} = \dfrac{K_x F}{L}$ – число единиц переноса.

После интегрирования (7) получаем выражение

$$\frac{\alpha}{\alpha - 1}\ln\left[\left(\frac{1 - x_w}{1 - x_D}\right)\frac{x_D}{x_w}\right] = n_{0x}. \tag{8}$$

С учетом соотношения (1) полученное выражение записывается

$$n_{0x} = \frac{\alpha}{\alpha - 1}\ln f. \tag{9}$$

Уравнение (9) устанавливает связь между коэффициентом разделения (f), свойствами разделяемой смеси (α), свойствами и массообменными характеристиками колонны (K_x, F).

Разделительную способность колонны можно оценить также по числу теоретических ступеней контакта (теоретических тарелок). Число теоретических тарелок можно определить графическим методом или (для идеальных смесей) по уравнению Фенске:

$$n_T = \frac{\ln f}{\ln \alpha}. \qquad (10)$$

Уравнение Фенске получено путем решения системы уравнений (5) и (6).

Из уравнения Фенске следует, что при достижении заданной степени разделения для смесей, имеющих большие значения α, число тарелок требуется меньше.

Коэффициент относительной летучести α рассчитывается по соотношению давлений паров чистых НКК и ВКК. При отсутствии справочных данных для ориентировочных расчетов α применяется соотношение Роуза:

$$\lg \alpha = 8,2 \frac{T_{ВКК} - T_{НКК}}{T_{ВКК} + T_{НКК}}, \qquad (11)$$

где $T_{ВКК}$ и $T_{НКК}$ – температуры кипения чистых НКК и ВКК, К.

3. СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В насадочной ректификационной колонне осуществляется разгонка бинарной смеси (четыреххлористый углерод – циклогексан или ацетон – четыреххлористый углерод). Колонна выводится на режим работы «на себя» и после достижения стационарного режима производится отбор дистиллята и кубовой жидкости в приемник. Отобранные пробы подвергаются анализу с целью определения концентрации НКК. Колонна продолжает работать «на себя» до достижения нового стационарного состояния, после чего опять производится отбор дистиллята. Рассчитывается коэффициент разделения, число единиц переноса и число теоретических тарелок.

4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

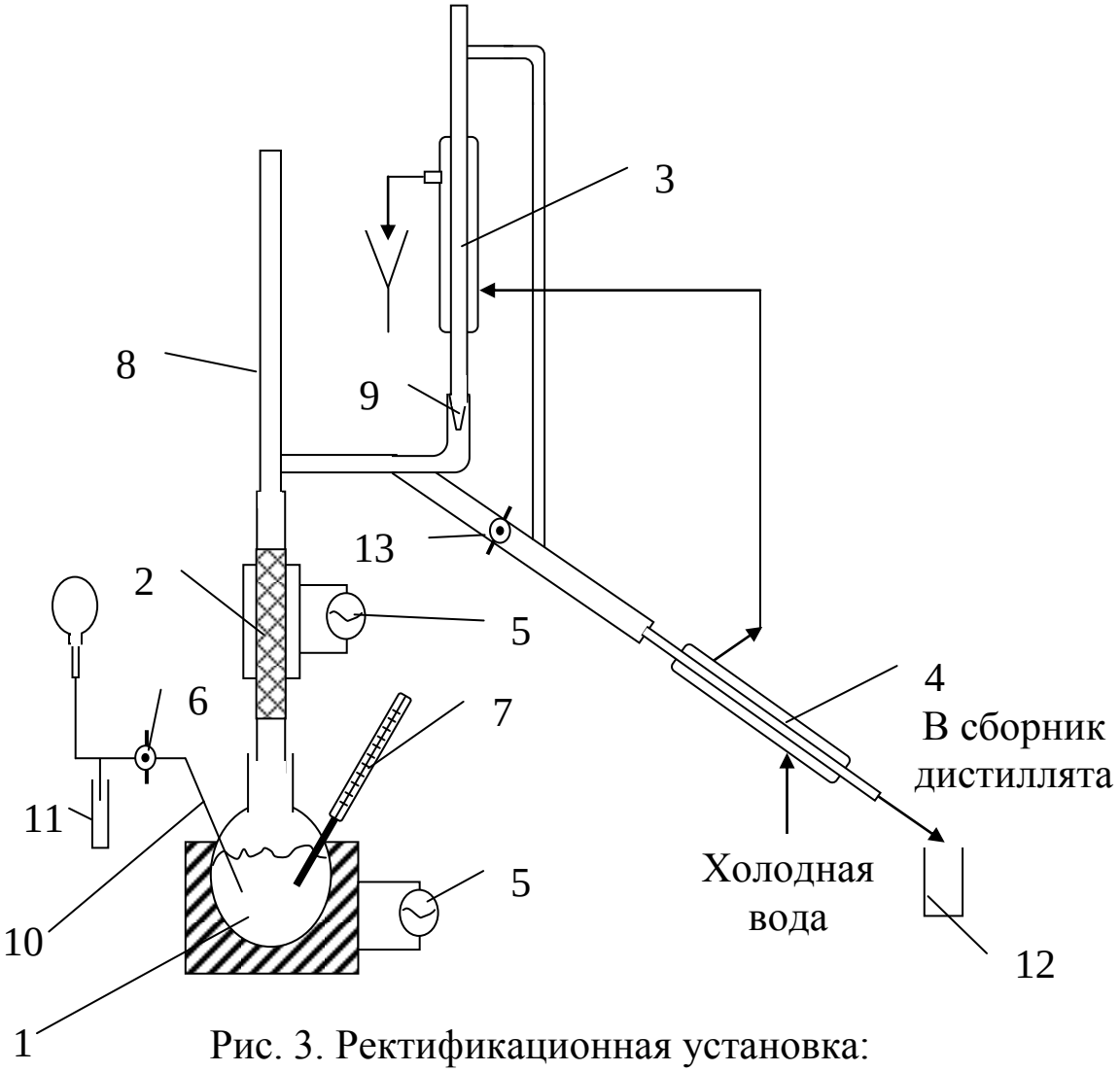


Рис. 3. Ректификационная установка:
1 – куб; 2 – насадочная колонна с электрообогревом;
3 – дефлегматор; 4 – холодильник дистиллята;
5 – регулятор напряжения; 6, 13 – краны; 7 – термометр;
8 – трубка; 9 – капельница; 10 – капилляр; 11, 12 – пробирки

Схема лабораторной установки представлена на рис. 3. Насадочная ректификационная колонна предназначена для разгонки 500 мл жидких смесей при атмосферном давлении и температурах кипения до 150 ºС. Колонна 2 с высотой ректификационной части 420 мм и внутренним диаметром 10 мм заполнена насадкой из отрезков проволочной спирали. Необходимая температура в колонне поддерживается с помощью электронагревателя 5. Нижняя часть колонны соединяется с перегонной колбой (кубом), помещенной в электрический нагреватель. К верхней части ко-

лонны крепится головка, состоящая из трубки 8 и дефлегматора 3 с капельницей 9. К нижней части головки крепится холодильник 4 для охлаждения дистиллята. В дефлегматор и холодильник по резиновым трубкам подается охлаждающая вода из водопроводного крана. Отбор проб кубового остатка осуществляется в пробирку 11 через капилляр 10 с помощью резиновой «груши». Отбор проб дистиллята производится в пробирку 12 через кран 13.

5. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

В перегонную колбу загружается смесь четыреххлористого углерода с циклогексаном либо смесь ацетона с четыреххлористым углеродом (по указанию преподавателя) в объеме до 500 мл. В холодильник и дефлегматор подается холодная вода. Включается электрообогрев колбы и ректификационной колонны. Жидкость в колбе нагревают до температуры кипения. Регулируя степень нагрева колонны, устанавливают необходимую величину расхода орошения насадки (100–150 капель в минуту). Затем осуществляют операцию вытеснения воздуха из насадки и ее полное смачивание. Для этого осторожно увеличивают подогрев куба, и пенный слой жидкости медленно поднимается снизу вверх по колонне. После полного затопления насадки («захлебывания» колонны) обогрев куба уменьшается, и колонна выводится в заданный режим орошения. В таком режиме колонны работает 1 час, затем отбираются пробы дистиллята и кубового остатка. Анализ проб, по определению концентрации НКК (x_D и x_w), осуществляется на рефрактометре. На рефрактометре определяется коэффициент преломления m, затем с помощью графика зависимости концентрации НКК от коэффициента преломления m определяются концентрации НКК (Приложение С). Через 30 минут производится повторное снятие проб. Во время проведения работы определяется величина орошения. Данные заносятся в таблицу А1 (Приложение А). Выход на стационарный режим работы колонны фиксируется по двум одинаковым результатам анализа проб дистиллята и кубового остатка. Данные анализа проб дистиллята и кубового остатка заносятся в таблицу А1 (Приложение А).

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По уравнению (11) и данным о температурах кипения (см. Приложение Б, таблица Б3) определяется коэффициент относительной летучести α.

По данным о фазовом равновесии в бинарной системе, представленным в приложении Б (таблицы Б1, Б2) строится диаграмма равновесных составов $y - x$. Графическим методом определяется число теоретических тарелок n_T в интервале значений x_D и x_w, полученных экспериментально при работе колонны.

По уравнению (1) определяется коэффициент разделения f.

По уравнению (9) определяется число единиц переноса n_{0x}.

По уравнению (10) определяется число теоретических тарелок n_T. Вычисленное значение n_T сравнивается со значением n_T, определенным графически.

Расчетные значения всех параметров сводятся в таблицу А1 (Приложение А).

7. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении лабораторной работы следует соблюдать требования общей инструкции по технике безопасности в лаборатории массообменных процессов.

ЗАПРЕЩАЕТСЯ:

1. Включать и выключать установку без разрешения преподавателя или лаборанта.
2. Оставлять работающую установку без присмотра.
3. Работать с незаземленным оборудованием.

8. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ

Отчет оформляется на листах формата А4 (210×297 мм).

Отчет должен содержать:

- титульный лист установленной формы;
- краткое содержание теоретических основ работы;
- эскиз лабораторного стенда;
- таблицу А1;

- диаграмму $y - x$ с графическим определением числа теоретических тарелок;
- расчеты численных значений коэффициентов разделения, числа единиц переноса и числа теоретических тарелок;
- вывод.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Физико-химические основы процессов ректификации и дистилляции.
2. Объясните устройство и принцип работы насадочной ректификационной колонны периодического действия.
3. Опишите принципиальную технологическую схему ректификационной установки. Материальный баланс процесса ректификации.
4. Основные допущения, принимаемые при рассмотрении процесса ректификации, и следствия из этих допущений.
5. Уравнение рабочей линии исчерпывающей части колонны. Построение рабочей линии для исчерпывающей части колонны.
6. Уравнение рабочей линии укрепляющей части колонны. Построение рабочей линии для укрепляющей части колонны.
7. Графическое определение ступеней изменения концентрации по результатам расчетов, выполненных в лабораторной работе.
8. Какая связь существует между коэффициентом разделения и коэффициентом относительной летучести?
9. Тарельчатые ректификационные колонны. Типы массообменных тарелок.
10. Насадочные ректификационные колонны. Назовите основные характеристики насадочных тел.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Касаткин, А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии: учебник для вузов. – Москва: Альянс, 2014. – 753 с.

2. Павлов, К. Ф. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии / К. Ф. Павлов, П. Г. Романков, А. А. Носков. – Москва: Альянс, 2005. – 576 с.

3. Романков, П. Г. Методы расчета процессов и аппаратов химической технологии (примеры и задачи): учебное пособие для студентов вузов / П. Г. Романков, В. Ф. Фролов, О. М. Флисюк. – Санкт-Петербург: Химиздат, 2010.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Таблица А1. Таблица опытных данных и результатов расчета

Наименование и размерность параметров		Обозначение параметров	Значение параметров
Исходные данные			
Бинарная смесь компонентов:			
Исходный объем смеси, мл		V_0	
Величина орошения, капель/мин			
Температура кипения НКК, К		$T_{НКК}$	
Температура кипения ВКК, К		$T_{ВКК}$	
Результаты опытов			
Коэффициенты преломления	дистиллята	m_D	
	кубового остатка	m_W	
Концентрация НКК, %	дистиллята	x_D	
	кубового остатка	x_W	
Результаты расчета			
Коэффициент разделения		f	
Число единиц переноса		n_{0x}	
Число теоретических тарелок	по формуле (10)	n_T	
	Полученных графическим методом	n_T	
Коэффициент относительной летучести		α	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(справочное)

Таблица Б1. Данные по фазовому равновесию
в бинарной системе «четыреххлористый углерод – циклогексан»
(CCl_4 – C_6H_{12})

Температура кипения смеси *t*, °С	80,6	80,2	79,7	79,2	78,7	78,2	77,7	77,3	76,9
Состав жидкой фазы *x*, %	3,5	13,4	25,0	36,4	50,8	62,3	75,3	86,4	97,5
Состав газовой фазы *y*, %	4,0	16,2	28,3	40,1	54,7	65,8	76,6	87,2	97,6

Таблица Б2. Данные по фазовому равновесию
в бинарной системе «ацетон–четыреххлористый углерод»
(C_3H_6O – CCl_4)

Температура кипения смеси *t*, °С	73,8	68,8	62,0	58,9	57,2	56,4	56,1	56,0	56,0
Состав жидкой фазы *x*, %	2,5	9,0	26,0	44,0	60,0	73,5	83,0	90,0	96,5
Состав газовой фазы *y*, %	9,0	27,0	48,6	60,0	70,0	79,0	84,5	90,5	96,0

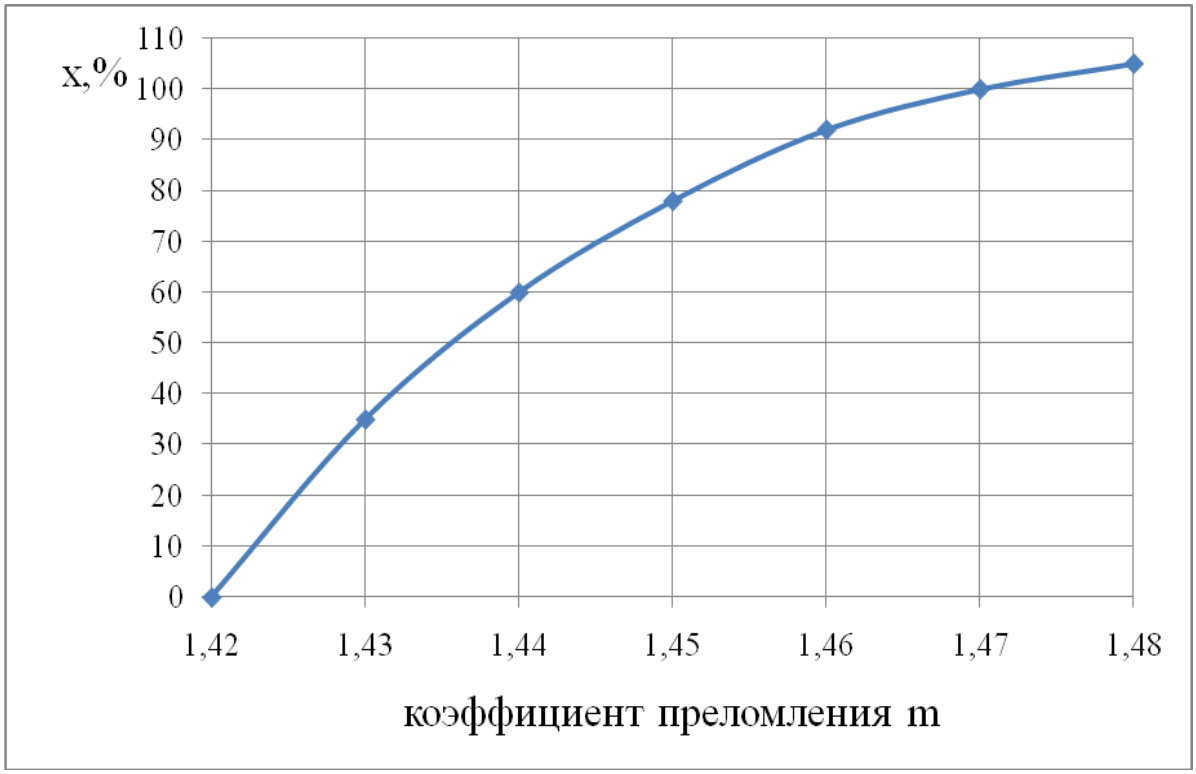
Таблица Б3. Температура кипения чистых компонентов
при атмосферном давлении

Компонент	Температура кипения, К
Ацетон (C_3H_6O)	329,1
Четыреххлористый углерод (CCl_4)	349,7
Циклогексан (C_6H_{12})	353,7

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(справочное)

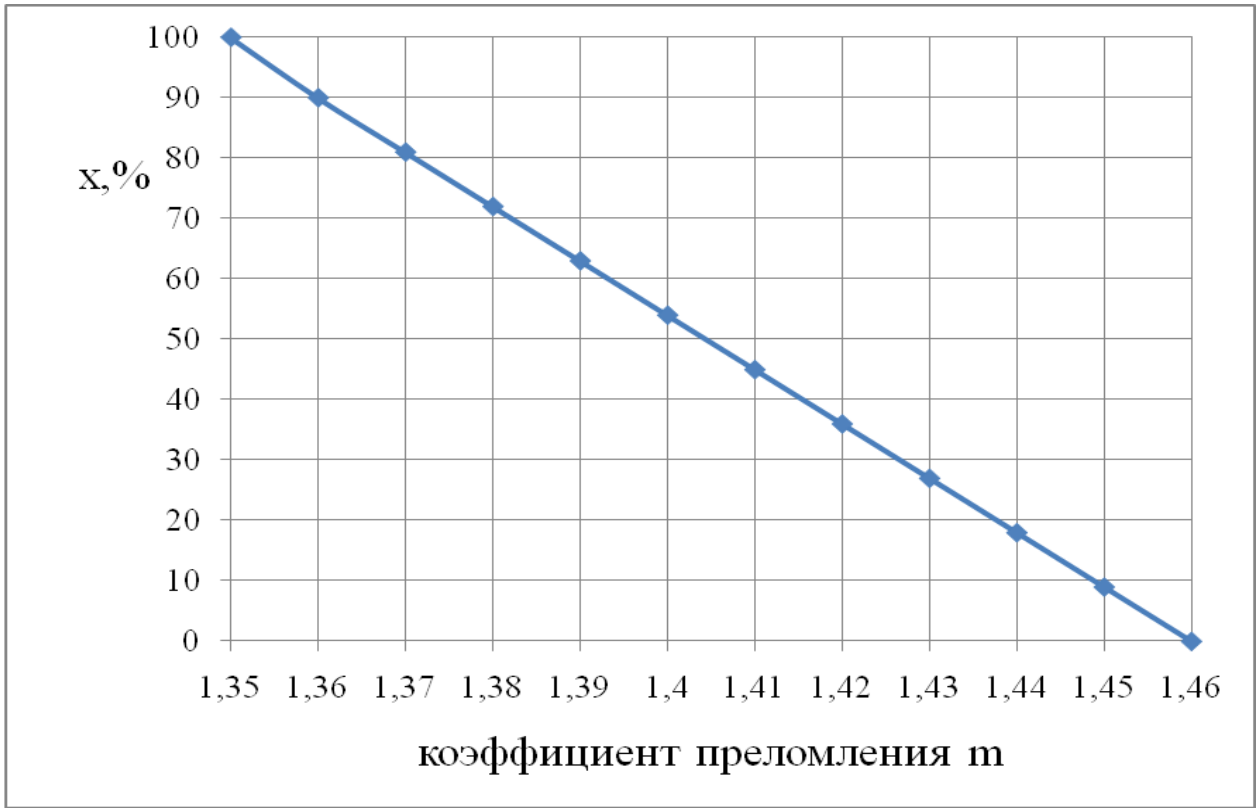
Калибровочная кривая зависимости концентрации циклогексана в смеси циклогексан – четыреххлористый углерод от коэффициента преломления m



ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(справочное)

Калибровочная кривая зависимости концентрации ацетона
в смеси ацетон – четыреххлористый углерод
от коэффициента преломления m



Составители
Михайлов Геннадий Сергеевич
Тиунова Наталья Владимировна
Петрик Павел Трофимович

**РАЗДЕЛЕНИЕ БИНАРНОЙ СМЕСИ
НА РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЕ**

Методические указания к лабораторной работе № 9 по дисциплине
«Процессы и аппараты химической технологии»
для обучающихся направлений подготовки
18.03.02 Энерго- и ресурсосберегающие процессы
в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии,
18.03.01 Химическая технология,
20.03.01 Техносферная безопасность
всех форм обучения

Печатается в авторской редакции

Рецензент Старикова Елена Юрьевна

Подписано в печать 06.11.2018. Формат 60×84/16.
Бумага офсетная. Уч-изд. л. 0,7.
Тираж 34 экз. Заказ .
КузГТУ. 650000, Кемерово, ул. Весенняя, 28.
Издательский центр УИП КузГТУ. 650000, Кемерово, ул. Бедного, 4а.