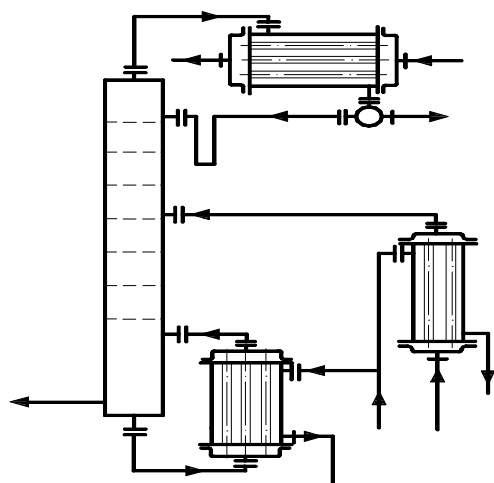


# ДИФФУЗИОННЫЕ (МАССООБМЕННЫЕ) ЖИДКОФАЗНЫЕ ПРОЦЕССЫ



◆ ИЗДАТЕЛЬСТВО ТГТУ ◆

Учебное издание

**ДИФФУЗИОННЫЕ  
(МАССООБМЕННЫЕ)  
ЖИДКОФАЗНЫЕ ПРОЦЕССЫ**

Методические указания

Составители:

ГАТАПОВА Наталья Цибиковна,  
НАБАТОВ Вячеслав Александрович,  
КОЛИУХ Александр Николаевич,  
ПАХОМОВ Андрей Николаевич,  
ОРЛОВ Андрей Юрьевич

Под редакцией

КОНОВАЛОВА Виктора Ивановича

Редактор Е.С. Кузнецова

Инженер по компьютерному макетированию И.В. Евсеева

Подписано в печать 07.12.2009

Формат 60 × 84 /16. 1,16 усл. печ. л. Тираж 150 экз. Заказ № 581

Издательско-полиграфический центр

Тамбовского государственного технического университета  
392000, Тамбов, Советская, 106, к. 14

## ВВЕДЕНИЕ

Массообменные процессы занимают одно из основных мест в курсе «Процессы и аппараты химической технологии» и относятся к наиболее сложным химико-технологическим процессам.

Лаборатория диффузионных (массообменных) жидкофазных процессов оснащена действующими установками, позволяющими студентам изучить физическую сущность процессов абсорбции и ректификации, работу и конструкции колонной аппаратуры, определить её основные характеристики.

Выполнение лабораторных работ помогает студентам закрепить теоретические знания и приобрести практические навыки по расчёту и эксплуатации оборудования.

### Лабораторная работа № 1

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА МАССОПЕРЕДАЧИ В ПРОЦЕССЕ АБСОРБЦИИ

*Цель работы:* практическое изучение работы абсорбера и определение коэффициента массопередачи на основе полученных экспериментальных данных.

Абсорбцией называют процесс объёмного избирательного поглощения одного или нескольких компонентов из газовой смеси жидким поглотителем (абсорбентом).

Обратный процесс – выделение из абсорбента растворённых в нём компонентов газовой смеси носит название десорбция.

Компонент газовой фазы, практически не растворяющийся в жидкой фазе, называется инертным газом, или газом-носителем; вещество, переходящее из одной фазы в другую, – абсорбируемый компонент, или поглощаемое вещество.

В данной работе взяты: в качестве абсорбируемого компонента – аммиак, в качестве поглотителя (абсорбента) – вода. Воздух рассматривается как инертный газ, не растворимый в воде.

#### Описание лабораторной установки

Работа проводится на абсорбционной установке, схема которой представлена на рис. 1.1. Внутри колонны К диаметром 120 мм в навал помещена насадка ГИАП высотой 895 мм. В нижнюю часть колонны подаётся аммиачно-воздушная смесь, получаемая при смешении аммиака из баллона Б с воздухом, нагнетаемым воздуходувкой В. Орошающая вода подаётся в верхнюю часть колонны из водопроводной сети. Образовавшаяся в результате процесса абсорбции аммиачная вода слабой концентрации

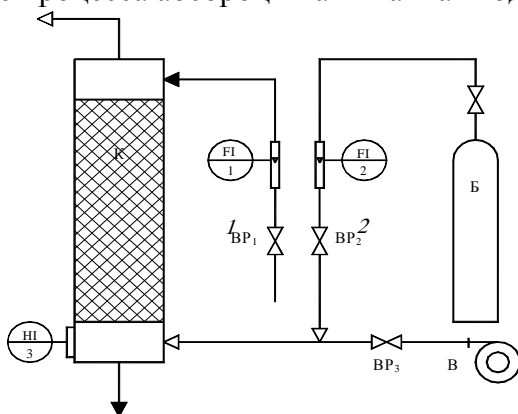


Рис. 1.1. Схема абсорбционной установки

сбрасывается в слив, а очищенный воздух выбрасывается в атмосферу. Расходы воды и аммиака регулируются вентилями  $ВР_1$ ,  $ВР_2$  и замеряются соответственно ротаметрами 1 и 2. Уровнемер 3 позволяет следить за уровнем аммиачной воды в нижней части колонны. Содержание аммиака в газовой и жидкой фазах определяется отбором проб с последующим титрованием.

### Порядок выполнения работы

1. Открыть вентиль подачи воды и установить её заданный расход.
2. Пустить воздухоподувку и установить расход воздуха, соответствующий плёночному режиму работы колонны (визуально).
3. Открыть вентиль для подачи аммиака и установить его расход.
4. Через 10 мин отобрать пробы газа и измерить температуру в верхней и нижней частях колонны, а также взять пробу жидкости в нижней части колонны.
5. Замерить расход воды и расход аммиака с помощью ротаметров 1 и 2 (рис. 1.1) и тарировочных графиков (рис. 1.2, 1.3). Результат занести в табл. 1.1.
6. По окончании работы закрыть подачу аммиака, выключить газодувку и перекрыть воду.

### Отбор проб и титрование

1. На содержание аммиака в воде: открыть пробоотборник в нижней части колонны и налить в колбу 250 мл аммиачной воды; пипеткой отобрать в коническую колбу 10 мл раствора и разбавить дистиллированной водой до 50 мл; к полученному раствору добавить 3–4 капли фенолфталеина и титровать 0,1 н. раствором серной кислоты. Записать в табл. 1.1 количество израсходованной серной кислоты.

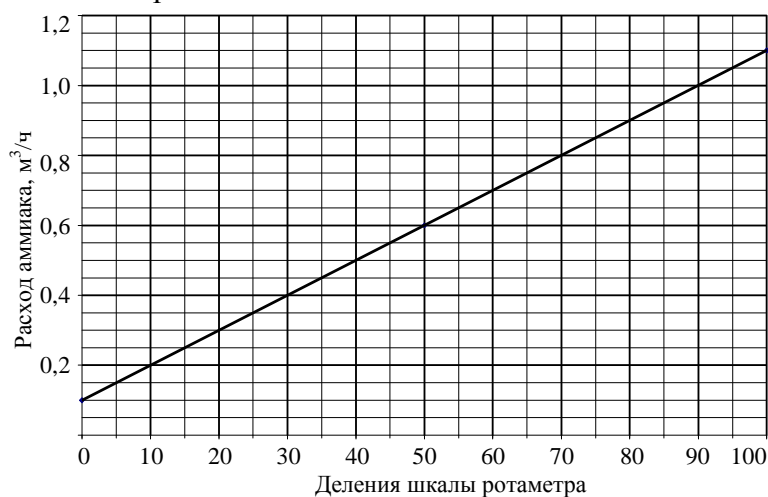
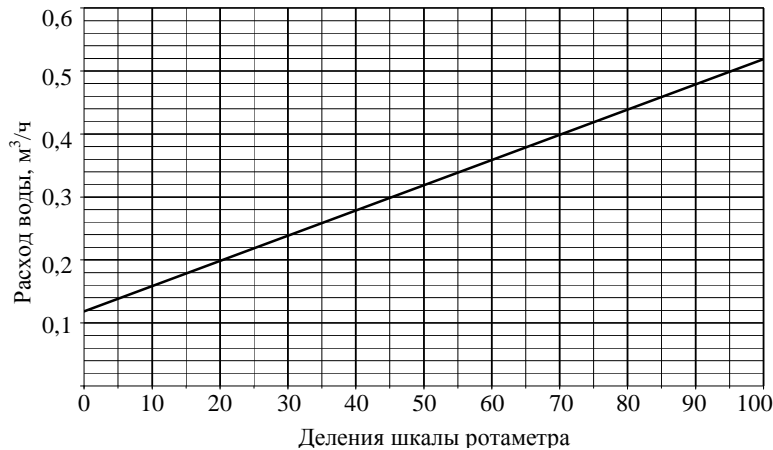


Рис. 1.2. Тарировочный график ротаметра расхода аммиака



**Рис. 1.3. Тарировочный график ротаметра расхода воды**

2. На содержание аммиака в газе: отобрать шприцом 100 мл газовой смеси, медленно пропустить смесь через поглотительную склянку, в которой находится 10 мл 0,01 н. раствора  $H_2SO_4$ . Слить полученный раствор в коническую колбу, добавить 3–4 капли фенолфталеина и титровать 0,01 н. раствором NaOH. Записать в табл. 1.1 количество израсходованной щёлочи.

### 1.1. Результаты анализа и замеров

Газ на входе в абсорбер		Газ на выходе из абсорбера		Вода на выходе из абсорбера	
$H_2SO_4$	в поглотительной склянке, ного	$H_2SO_4$	в поглотительной склянке, ного	Количество воды, взятое на анализ, мл	Расход воды $L$ , м³/ч
через поглотительную склянку, мл	NaOH, затраченного на титрование, мл	через поглотительную склянку, мл	NaOH, затраченного на титрование, мл	$H_2SO_4$ , затраченного на титрование, мл	
Расход аммиака $M$ , м³/ч		температура газа перед абсорбером $t_1$ , °C		Температура газа после абсорбера $t_2$ , °C	

### Обработка опытных данных

В плёночном режиме работы насадочной колонны поверхность контакта жидкости и газа  $F$  весьма близка к площади поверхности насадочных тел, и коэффициент массопередачи может быть определён из основного уравнения массопередачи:

$$M = K_Y \Delta Y_{cp} F,$$

где  $M$  – количество абсорбированного аммиака, кмоль/ч;  $K_Y$  – коэффициент массопередачи по газовой фазе, кмоль/(м²·ч);  $\Delta Y_{cp}$  – средняя движущая сила абсорбции в единицах концентрации газовой фазы, кмоль  $NH_3$ /кмоль воздуха;  $F = H f \sigma$  – поверхность фазового контакта,

$m^2$ ;  $H$  – высота слоя насадки, м;  $\sigma$  – удельная поверхность насадки,  $m^2/m^3$  (см. табл. 1.2);  $f$  – площадь поперечного сечения колонны,  $m^2$ ;

Расход воздуха и количество абсорбированного аммиака определяется материальным балансом абсорбции:

$$M = L(X_K - X_H) = G_B (Y_H - Y_K),$$

где  $L$  – расход воды, кмоль/ч;  $X_H, X_K$  – концентрация аммиака в воде на входе в колонну и выходе из колонны, кмоль  $NH_3$ /кмоль воды;  $G_B$  – расход воздуха, кмоль/ч;  $Y_H, Y_K$  – концентрация аммиака в воздухе до и после колонны, кмоль  $NH_3$ /кмоль воздуха.

## 1.2. Характеристики насадки ГИАП

$\sigma$	Поверхность единицы объёма насадки	419 $m^2/m^3$
$V_{св}$	Свободный объём насадки	0,9 $m^3/m^3$

При небольших концентрациях раствора растворимость аммиака в воде можно считать по следующим уравнениям:

$$Y^* = 2,37 X \text{ при } t = 10 \text{ }^\circ\text{C}; \quad Y^* = 2,74 X \text{ при } t = 20 \text{ }^\circ\text{C}.$$

Средняя движущая сила абсорбции может быть рассчитана как среднелогарифмическая величина:

$$\Delta Y_{cp} = \frac{\Delta Y_6 - \Delta Y_M}{\ln \frac{\Delta Y_6}{\Delta Y_M}},$$

где  $\Delta Y_6 = Y_H - Y_H^*$  – движущая сила процесса в нижней части абсорбера;  $\Delta Y_M = Y_K - Y_K^*$  – движущая сила процесса в верхней части абсорбера.

Скорость воздуха в свободном сечении колонны определяется из уравнения расхода:

$$W = \frac{G_B \cdot 22,4 \cdot (273 + t)}{273 \cdot f \cdot 3600}.$$

## Пример расчёта концентраций

*Газовая фаза (Y).*

Допустим, на титрование 10 мл 0,01 н. раствора  $H_2SO_4$ , через который было пропущено 100 мл смеси воздуха с аммиаком, затрачено 6,8 мл 0,01 н. раствора NaOH. Определить концентрацию аммиака в газовой смеси  $Y_H$ .

1. Объём 0,01 н. раствора  $H_2SO_4$ , прореагировавший с аммиаком смеси газа:

$$H_2SO_4 = 10 - 6,8 = 3,2 \text{ мл.}$$

2. Количество аммиака в 100 мл смеси газа:

1 мл 0,01 н. раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$  реагирует с 0,224 мл  $\text{NH}_3$ :

$$X = 3,2 \cdot 0,224 = 0,716 \text{ мл.}$$

3. Содержание  $\text{NH}_3$  в 1 мл газа:

100 мл смеси – 0,716 мл  $\text{NH}_3$ ;

1000 мл смеси –  $Y$  мл  $\text{NH}_3$ ;

$$Y = 7,16 \text{ мл } \text{NH}_3 / \text{л смеси} = 0,00716 \text{ л } \text{NH}_3 / \text{л смеси} = \\ = 0,00716 / (1 - 0,00716) = 0,00721 \text{ кмоль } \text{NH}_3 / \text{кмоль воздуха.}$$

*Жидкая фаза (X).*

Допустим, на титрование 10 мл аммиака в воде затрачено 8 мл 0,1 н. раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .  
Определить концентрацию аммиака в воде.

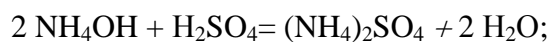
1. В 1 л 0,1 н. раствора содержится 4,9 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

10 мл 0,1 н. раствора – 0,049 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;

8 мл 0,1 н. раствора –  $X$  г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;

$$X = 0,0392 \text{ г } \text{H}_2\text{SO}_4.$$

2. Количество  $\text{NH}_3$  в 10 мл раствора  $\text{NH}_4\text{OH}$ :



44,8 л  $\text{NH}_3$  – 98 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;

$X$  л  $\text{NH}_3$  – 0,0392 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;

$$X = 0,0179 \text{ л } \text{NH}_3.$$

3. Концентрация аммиака в жидкости:

10 мл раствора  $\text{NH}_3$  в воде – 0,0179 л  $\text{NH}_3$ ;

1000 мл раствора  $\text{NH}_3$  в воде –  $X$  л  $\text{NH}_3$ ;

$$X = 1,79 \text{ л } \text{NH}_3 / \text{л раствора } \text{NH}_3 \text{ в воде;}$$

$$X = 1,79 \text{ л } \text{NH}_3 / \text{л воды} = 1,79 \cdot 18 / (22,4 \cdot 1000) = 1,44 \cdot 10^{-3} \text{ кмоль } \text{NH}_3 / \text{кмоль воды.}$$

### Содержание отчёта

1. Схема установки.
2. Отчётная табл. 1.3.
3. Расчётная часть.
4. Фазовая диаграмма.

## Контрольные вопросы

1. Абсорбция и её применение.
2. Способы выражения состава фаз.
3. Материальный баланс процесса абсорбции.
4. Понятия о молекулярной и турбулентной диффузиях.
5. Уравнение массоотдачи и основное уравнение массопередачи.
6. Средняя движущая сила процесса абсорбции и способы её расчёта.
7. Гидродинамические режимы работы насадочных колонн.
8. Поверхность контакта фаз при плёночном режиме работы.
9. Изображение процесса на фазовой диаграмме.

### 1.3. Отчётная таблица

Концентрация аммиака						Скорость газовой смеси в колонне $W$ , м/с	Расход воздуха $G_b$ , м <sup>3</sup> /ч	Коэффициент массопередачи $K_Y$ , $\frac{\text{кмоль NH}_3}{\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \frac{\text{кмоль NH}_3}{\text{кмоль воздуха}}}$
$Y_n$ , кмоль NH <sub>3</sub> /кмоль воздуха	$Y_k$ , кмоль NH <sub>3</sub> /кмоль воздуха	$X_k$ , кмоль NH <sub>3</sub> /кмоль воды	$Y_n^*$ , кмоль NH <sub>3</sub> /кмоль воздуха	$Y_k^*$ , кмоль NH <sub>3</sub> /кмоль воздуха	$\Delta Y_{cp}$ , кмоль NH <sub>3</sub> /кмоль воздуха			

### Лабораторная работа № 2

## ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА РЕКТИФИКАЦИИ БИНАРНОЙ СМЕСИ

*Цель работы:* ознакомление с устройством и работой ректификационной колонны и определение некоторых параметров, характеризующих её работу. Определение числа ступеней изменения концентраций, среднего коэффициента полезного действия тарелок, материальных потоков, скорости пара, отнесённой к свободному сечению колонны, и составление теплового баланса дефлегматора.

### Методические указания

Во многих химических производствах необходимо производить выделение чистых веществ из смесей жидкостей. Одним из наиболее распространённых методов разделения смесей является ректификация. Этот метод основан на различии в температурах кипения, а следовательно, и в летучести компонентов смеси. Если летучесть компонентов различна, то состав пара над жидкостью отличается от состава жидкой смеси большим содержанием низкокипящего (легколетучего) компонента (НК). Вследствие этого при противоточном контакте жидкой смеси с парами, который осуществляется при ректификации в результате массообмена, пары будут обогащаться НК, а жидкость – высококипящим (труднолетучим) компонентом (ВК). В конечном итоге пары будут представлять собой более или менее чистый НК, а жидкость – ВК.



Процесс ректификации осуществляется преимущественно в тарельчатых или насадочных колонных аппаратах периодическим или непрерывным способом.

Схема ректификационной установки непрерывного действия для разделения бинарной смеси представлена на рис. 2.1.

На ректификацию поступает исходная жидкая смесь, в которой содержание НК составляет  $x_f$ . В процессе ректификации смесь разделяется на две части: часть, обогащённую НК – дистиллят и часть, обогащённую ВК, – кубовый остаток. Обозначим в долях НК состав дистиллята –  $x_p$ , а кубового остатка –  $x_w$ .

При расчётах процессов ректификации принимаются следующие допущения, мало искажающие фактические условия протекания процесса, но значительно упрощающие расчёт.

1. Разделяемая смесь следует правилу Трутона, согласно которому отношение мольной теплоты испарения или конденсации к абсолютной температуре кипения для всех жидкостей является приблизительно величиной постоянной.

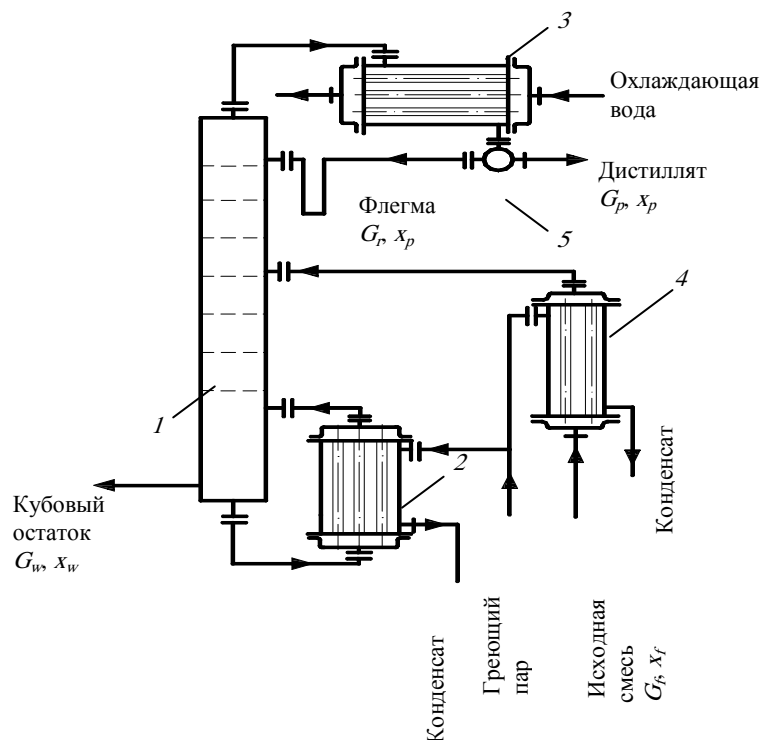


Рис. 2.1. Схема ректификационной установки

Для смеси, состоящей из двух компонентов:

$$\frac{r_{\text{см}}}{T_{\text{см}}} = \frac{r_1}{T_1} = \frac{r_2}{T_2} = \text{const}.$$

Отсюда следует, что при конденсации 1 кмоль ВК в колонне испаряется 1 кмоль НК, т.е. количество паров, поднимающихся по колонне, постоянно.

2. Принимается, что  $y_p = x_p$ , а  $y_w = x_w$ , т.е. пренебрегается укрепляющим действием дефлегматора в процессе конденсации в нём паров и пренебрегается исчерпывающим действием кипятыльника.

3. Теплоты смешения компонентов разделяемой смеси равны нулю.

Кроме того, в расчётах исходят из того, что смесь, подлежащая разделению, поступает в колонну на питающую тарелку нагретой до температуры кипения. В этом случае точка пересечения рабочих линий низа и верха колонны лежит на ординате  $x_f$ .

Исходная смесь подаётся в ту часть колонны 1, где жидкость имеет состав  $x_f$ . Стекая вниз по колонне, она взаимодействует с поднимающимся вверх паром, образующимся при кипении из кубовой жидкости в кипятыльнике 2. Пар имеет начальный состав, примерно равный составу кубового остатка  $x_w$ , т.е. является обеднённым НК. В результате массообме-

на происходит переход НК из жидкости в пар, а ВК – из пара в жидкость.

В точке ввода исходной смеси пар может иметь в пределе состав, равновесный с исходной смесью. Для более полного обогащения пара НК верхнюю часть орошают жидкостью состава  $x_p$ , которая получается в дефлегматоре  $\mathcal{Z}$  путём конденсации пара, выходящего из колонны. Эта часть конденсата называется флегмой. Другая часть конденсата пара выводится из дефлегматора в виде продукта разделения – дистиллята. Жидкость, отводимая из нижней части колонны, называется кубовым остатком.

Таким образом, в ректификационной колонне осуществляется непрерывный процесс разделения подаваемой в колонну исходной бинарной смеси на дистиллят с высоким содержанием НК и кубовый остаток, обогащённый ВК.

Если обозначить количество поступающей на ректификацию исходной смеси  $G_f$ , количество получаемого дистиллята  $G_p$  и количество кубового остатка  $G_w$ , то материальный баланс выразится уравнениями:

в общем виде

$$G_f = G_p + G_w;$$

по легколетучему компоненту:

$$G_f x_f = G_p x_p + G_w x_w.$$

Степень разделения – чистота получаемых при ректификации продуктов – определяется физико-химическими свойствами разделяемых веществ, размерами и конструкцией аппарата, условиями проведения процесса (гидродинамикой, давлением и др.). На рис. 2.2 в координатах: состав пара ( $y$ ) – состав жидкости ( $x$ ) графически представлена типичная зависимость между равновесными (линия 1) и рабочими (линия 2 и 3) составами фаз для бинарной смеси.

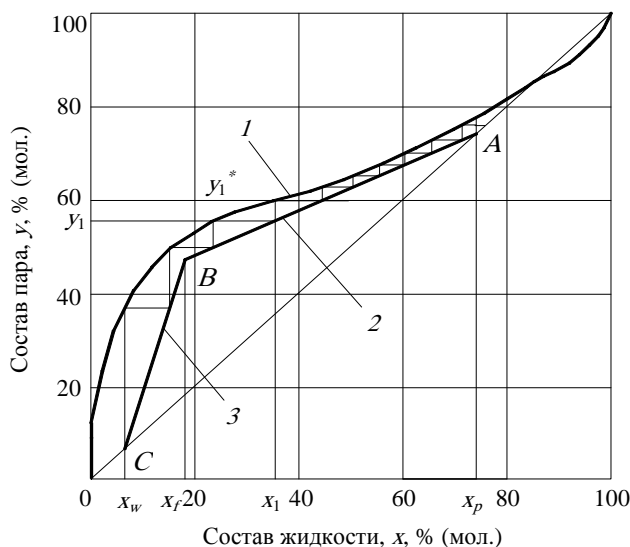


Рис. 2.2. Фазовая диаграмма

Уравнение линий рабочих концентраций для верхней и нижней частей колонны имеют различный вид:

для верхней части

$$y_B = \frac{R}{R+1} x + \frac{x_p}{R+1};$$

для нижней части

$$y_H = \frac{R+F}{R+1} x - \frac{F-1}{R+1} x_w,$$

где  $F = \frac{G_f}{G_p}$  – удельное количество поступающей исходной смеси;  $R = \frac{G_r}{G_p}$  – флегмовое число, представляющее собой отношение количества флегмы, подаваемой на орошение колонны, к количеству дистиллята.

В уравнениях рабочих линий составы взаимодействующих фаз выражаются только в мольных долях НК.

Из анализа уравнений рабочих линий низа и верха колонны с учётом вышесделанных допущений следует, что рабочая линия верхней части колонны пересекает диагональ в точке  $A$  (при этом  $x = x_p$ ), а нижней – в точке  $C$  ( $x = x_w$ ). Между собой эти линии пересекаются в точке  $B$ , где  $x = x_f$ . По высоте точка  $B$  располагается между равновесной линией и диагональю и зависит от  $R$  (при  $R = \min$  точка  $B$  находится на равновесной линии, при  $R \rightarrow \infty$  – на диагонали).

По фазовой диаграмме (рис. 2.2) графическим построением может быть найдено число теоретических ступеней изменения концентраций, или число "теоретических тарелок". За "теоретическую тарелку" принимается такая условная тарелка, на которой (см. рис. 2.2) пар состава  $y_1$ , взаимодействуя с жидкостью состава  $x_1$ , изменяет концентрацию до равновесной  $x_1^*$ .

В этом случае число "теоретических тарелок" определяется вписыванием ступеней между рабочими линиями и равновесной кривой в пределах от  $x_w$  до  $x_p$ .

На реальных тарелках в колонне не достигается равновесное состояние между паром и жидкостью. Поэтому для аналогичного изменения концентраций требуется большее число действительных тарелок.

Отношение числа "теоретических тарелок",  $n_r$ , к числу действительных тарелок,  $n_d$ , в колонне называют средним коэффициентом полезного действия тарелок (КПД колонны):

$$\eta_{\text{ср}} = \frac{n_r}{n_d}.$$

Величина КПД как мера интенсивности работы тарелок зависит от гидродинамических условий на тарелке, физических свойств пара и жидкости, кривизны равновесной линии. В связи с тем что все эти факторы могут изменяться с изменением концентраций, КПД каждой тарелки,  $\eta$ , будет отличаться от среднего для всех тарелок,  $\eta_{\text{ср}}$ . Величина  $\eta_{\text{ср}}$  определяется опытным путём.

Проведение процесса ректификации требует затраты тепловой энергии. Тепло, необходимое для испарения кубовой жидкости, подводится в кипятильник. Обычно обогрев кипятильника осуществляется насыщенным водяным паром, а для колонны малого диаметра может использоваться электронагрев.

Теоретический расход тепла на проведение процесса определяется из уравнения теплового баланса:

$$Q_{\text{к}} = G_p (R + 1) r_p + G_p c_p t_p + G_w c_w t_w - G_f c_f t_f,$$

где  $r_p$  – удельная теплота конденсации паров в дефлегматоре;  $c_f$ ,  $c_p$ ,  $c_w$  – теплоёмкости исходной смеси, дистиллята и кубового остатка, соответственно;  $t_f$ ,  $t_p$ ,  $t_w$  – температуры кипения исходной смеси, дистиллята и кубовой жидкости соответственно.

Теплоёмкости и скрытая теплота конденсации смесей рассчитываются по правилу аддитивности. Фактический расход тепла несколько больше рассчитанного по уравнению теплового баланса за счёт потерь тепла в окружающую среду.

## Описание лабораторной установки

Лабораторная установка представляет собой часть ректификационной колонны непрерывного действия для разделения бинарной смеси, а именно её укрепляющую часть (рис. 2.3).

Разделяемая смесь этилового спирта и воды заливается в куб колонны *1*, снабжённый мерным стеклом и выполняющий функции кипятильника. В нижней части куба установлены три электронагревателя. Образующиеся в кубе пары направляются в колонну *2*.

Ректификационная колонна с колпачковыми тарелками имеет диаметр *77* мм и высоту *950* мм. Колонна выполнена из отдельных царг высотой *190* мм, между которыми установлены колпачковые тарелки. Общее число тарелок в колонне *6*. На каждой тарелке располагается по два колпачка. Площадь свободного сечения тарелки  $4,5 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2$ .

Пар, обогащённый этиловым спиртом, из колонны поступает в дефлегматор *3*, в змеевик которого подаётся охлаждающая вода. На поверхности змеевика пар конденсируется и поступает во флегмодели-  
тель *4*. Корпус флегмодели-  
теля выполнен в виде стеклянного цилиндра. Сверху располагается штуцер для ввода жидкости из дефлегматора, снизу – штуцер для отвода дистиллята и штуцер для отвода флегмы. Разделение потоков осуществляется качающейся воронкой, управляемой электромагнитным механизмом, связанным с реле времени *10*, *11*.

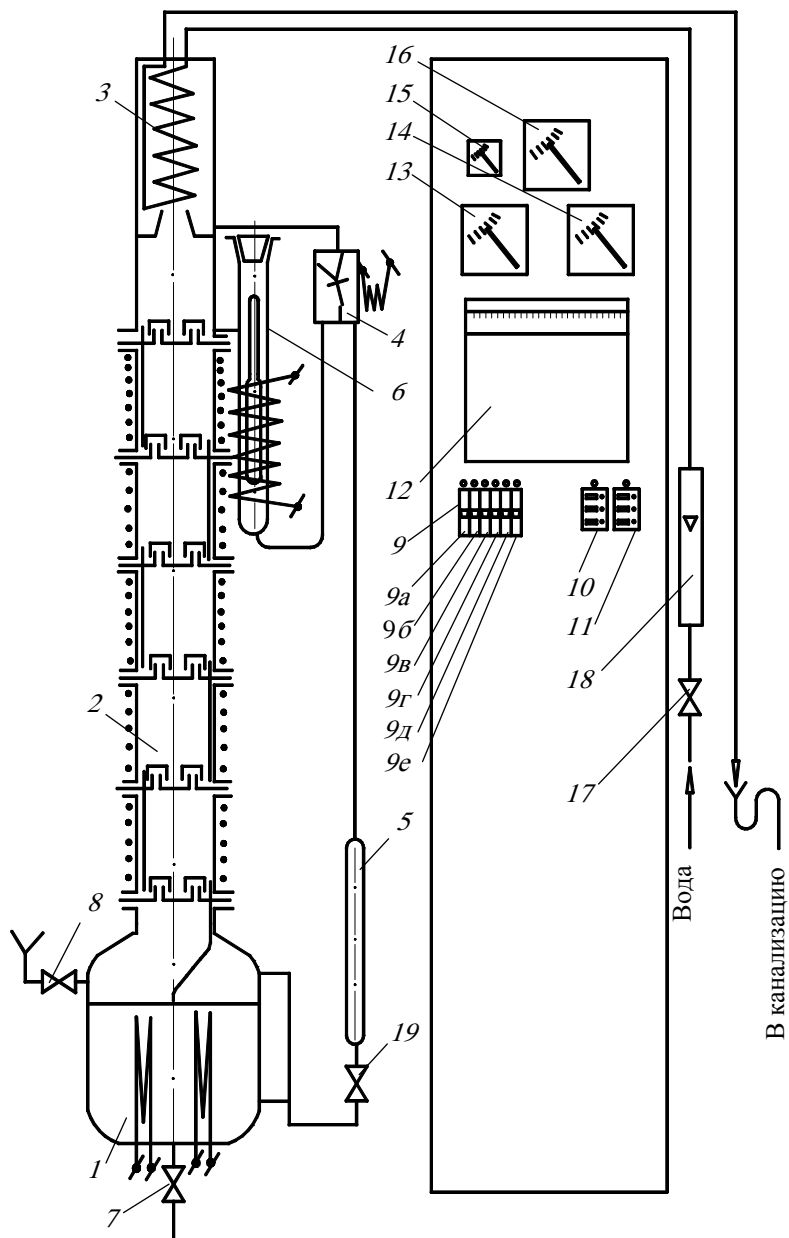


Рис. 2.3. Схема экспериментальной установки

Когда магнит отключён, то под весом стальной шайбы воронка находится в вертикальном положении. При этом конденсат из дефлегматора подаётся в левый штуцер, а из него – через гидравлический затвор в верхнюю часть колонны на орошение. Включённый магнит притягивает стальную шайбу в крайнее левое положение. В этом случае конденсат выводится через правый штуцер, поступает в мерное устройство 5 и сбрасывается в куб колонны.

Концентрация получаемого дистиллята измеряется ареометром, установленным в колбе 6, где флегма нагревается до температуры кипения.

### Порядок проведения работы

Пуск установки выполняется только после детального ознакомления с её устройством и работой, инструкцией по технике безопасности и в присутствии преподавателя или лаборанта.

1. Предварительно необходимо установить по мерному стеклу наличие и с помощью ареометра состав исходной смеси в кубе 1. Для этого в колбу отобрать из куба через нижний кран 7 жидкость в количестве 150 – 200 мл и ареометром измерить её плотность  $\rho_{ис}$ . После

проведённых измерений жидкость слить в куб через верхний кран 8. Данные по равновесию смеси этиловый спирт–вода представлены в табл. 2.2.

2. Выставить флегмовое число, заданное преподавателем, с помощью регуляторов времени 10 и 11. Регулятор 10 показывает время, в течение которого электромагнит выключен и конденсат из флегмоделителя направляется на верхнюю тарелку. Регулятор 11 показывает время, в течение которого электромагнит включен и дистиллят направляется в куб колонны. Например, если на регуляторе 10 значение 6, а на 11 значение 3, то флегмовое число  $R = 6/3 = 2$ .

3. Включить пускатель, установленный на электрощите, и подать напряжение на установку.

4. ЛАТРОм (лабораторным автотрансформатором) по амперметру 13 подать ток 4 А на обогрев колонны, включив тумблер 9г. Включить тумблеры 9а, 9б, 9в и подать напряжение на электронагреватели куба. ЛАТРОм по амперметру 14 установить ток 8,5 А на регулируемый электронагреватель. Включить потенциометр 12. Амперметр 16 контролирует работу нагревателей куба.

5. Вентилем 17 открыть охлаждающую воду в дефлегматор 3 и установить расход таким образом, чтобы её температура по выходе из дефлегматора составляла не более 35 – 40 °С (это соответствует показаниям ротаметра 18 в интервале 40 – 60 делений).

6. После выхода установки на режим выключить тумблеры 9а, 9б и ЛАТРОм поддерживать кипение смеси.

7. При появлении из дефлегматора дистиллята, стекающего в флегмоделитель, включить тумблер 9е, подающий напряжение на обогреватель флегмы. Контроль за подаваемым напряжением осуществляется вольтметром 15.

8. В течение всей работы визуально следить за отсутствием вскипания флегмы в колбе с ареометром и поддерживать примерное равенство температур флегмы, поступающей в колонну, и паров, поступающих в дефлегматор.

9. При достижении постоянства регистрируемых прибором температур необходимо подать питание на реле времени 10, 11 включением тумблера 9д.

10. По истечении 10 – 15 мин работы установки с флегмоделителем и при повторном достижении постоянства температур, регистрируемых прибором КСП-4, что будет свидетельствовать о выходе колонны на установившийся режим, провести снятие опытных данных  
в соответствии  
с табл. 2.1.

11. Для измерения производительности колонны по дистилляту необходимо перекрыть вентиль бюретки 19 и по секундомеру замерить время  $\tau$  получения 20 мл дистиллята. Ареометром замерить плотность  $\rho_p$ . По окончании измерения полученный дистиллят слить в куб.

12. После окончания работы выключить все тумблеры на щитке 9, подающие напряжение на нагреватель куба, флегмы и электромагнит флегмоделителя. Выключить контрольно-измерительный прибор КСП-4.

13. Через 20 мин прекратить подачу воды в дефлегматор и выключить пускатель на электрощите.

## 2.1. Отчётная таблица

Производительность по дистилляту		Температура, °С						Расход охлаждающей воды		Кубовая жидкость		Дистиллят	
		Исходная смесь в кубе, $t_w$	Пары, поступающие в дефлегматор, $t_p$	Конденсат из дефлегматора	Флегма в колонну, $t_f$	Вода, поступающая в дефлегматор, $t_n$	Вода, выходящая из дефлегматора, $t_k$						
20 мл за время $\tau$ , с	Расход дистиллята $G_p$ , кг/с												

### Обработка опытных данных

1. По полученным данным удельных весов смеси вода–спирт в кубе  $\rho_w$  и дистилляте  $\rho_p$  определить по диаграмме (рис. 2.4) содержание спирта в % (масс.).

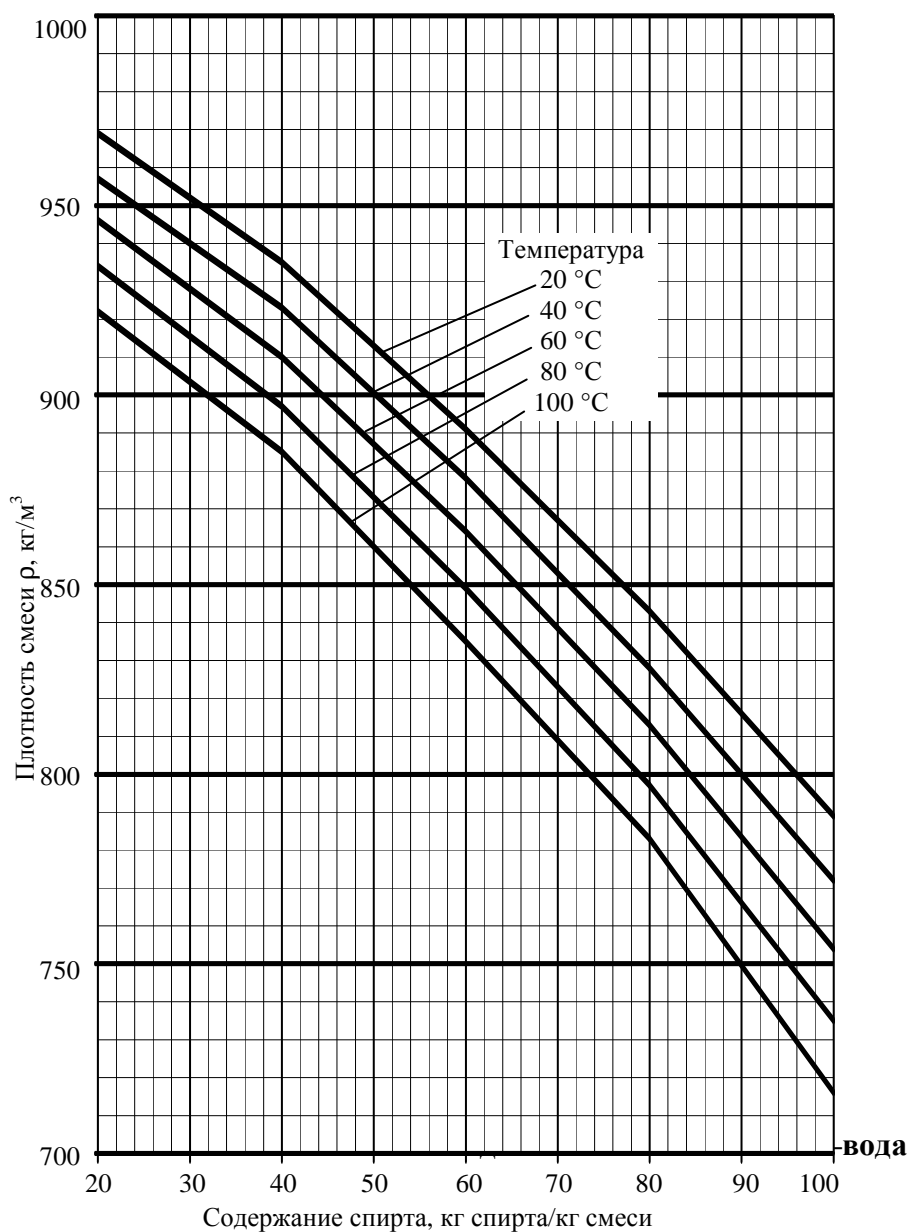


Рис. 2.4. Плотность водно-спиртового раствора при различных температу-

$x$	1,9	9,66	16,61	26,08	39,65	50,79	57,32	67,63	74,72	89,43
$y$	17	43,75	50,89	55,8	61,22	65,64	68,41	73,85	78,15	89,43
$t$	95,5	86,7	84,1	82,3	80,7	79,8	79,3	78,64	78,41	78,15

Здесь  $x$  – состав жидкой фазы в мольных процентах;  $y$  – состав паровой фазы в мольных процентах;  $t$  – температура смеси, °С.

Пересчитать концентрацию смеси из массовых долей в мольные доли  $\bar{x}_w$  в  $X_w$ , кмоль спирта/кмоль смеси.

$$x_w = \frac{\bar{x}_w / M_c}{\bar{x}_w / M_c + (1 - \bar{x}_w) / M_b},$$

где  $M_c$ ,  $M_b$  – соответственно мольные массы спирта и воды, кг/моль.

Аналогично рассчитать концентрацию дистиллята  $x_p$ .

2. В координатах  $x$ – $y$  построить на основе табл. 2.2 равновесную зависимость для смеси этиловый спирт–вода и рабочую линию.

3. Графическим построением ступеней изменения концентрации в пределах от  $x_w$  до  $x_p$  определить число "теоретических тарелок".

4. Рассчитать средний КПД колонны.

5. Производительность колонны по дистилляту  $G_p$  рассчитать по зависимости

$$G_p = \frac{2 \cdot 10^{-5}}{\tau} \rho_p, \text{ кг/с.}$$

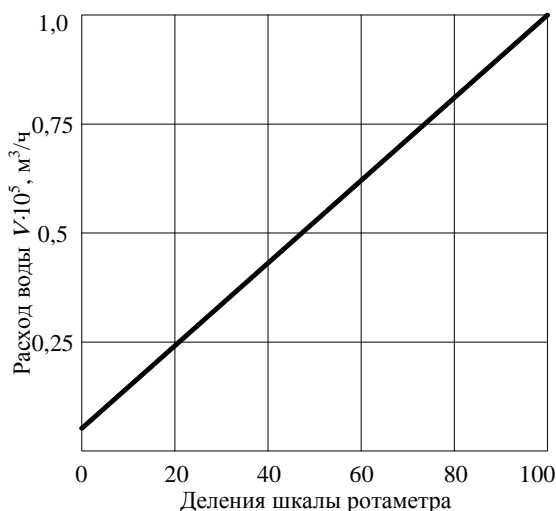
6. Рассчитать скорость паров в колонне, отнесённую к полному сечению,

$$W_f = \frac{G_p (R+1) \cdot 22,4 \cdot (T+t_p)}{F M_p T}, \text{ м/с}$$

где  $F$  – площадь сечения колонны, м<sup>2</sup> (внутренний диаметр колонны 77 мм);  $M_p$  – мольная масса дистиллята, равная  $M = M_c x_p + M_b (1 - x_p)$ , кг/кмоль;  $t_p$  – температура паров дистиллята, определяемая по табл. 2.2 для  $x_p$ .

7. Составить тепловой баланс дефлегматора:

$$G_b c_b (t_k - t_n) = G_p (R+1) (t_p + c_p (t_p - t_\phi)),$$



где  $G_b$  – расход охлаждающей воды, кг/с (тарировочный график см. рис. 2.5);  $c_b$  – теплоёмкость воды, Дж/(кг · К);  $t_n$ ,  $t_k$  – температура охлаждающей воды, поступающей и уходящей из дефлегматора, °С;  $t_p$  – температура паров,

Рис. 2.5. Тарировочный график ротаметра расхода охлаждающей воды



поступающих в дефлегматор, °С;  $t_{\phi}$  – температура конденсата, поступающего из дефлегматора во флегмоделитель, °С;  $c_p$  – теплоёмкость смеси с концентрацией  $\bar{x}_p$ ;  $r_p$  – удельная теплота парообразования смеси с концентрацией  $\bar{x}_p$ , Дж/кг.

Удельная теплота парообразования смеси определяется по формуле

$$r_p = r_c \bar{x}_p + r_b(1 - \bar{x}_p),$$

где  $r_c$ ,  $r_b$  – теплоты парообразования спирта и воды, найденные при температуре кипения смеси с концентрацией  $x_p$ .

Теплоёмкость смеси находится по формуле

$$c_p = c_c \bar{x}_p + c_b(1 - \bar{x}_p), \text{ Дж/(кг} \cdot \text{К)};$$

где  $c_c$ ,  $c_b$  – теплоёмкости спирта и воды при средней температуре  $t_{cp} = (t_p + t_{\phi}) / 2$ .

### Содержание отчёта

1. Схема установки.
2. Расчётная часть.
3. На фазовой диаграмме в координатах  $x$ – $y$  определить число ступеней изменения концентраций.
4. Отчётная таблица.

### Контрольные вопросы

1. Что такое ректификация?
2. Принципиальная схема ректификационной установки.
3. Материальный баланс ректификационной колонны.
4. Основные допущения, применяемые при описании процесса ректификации.
5. Вывод уравнений рабочих линий
6. Построение рабочих линий на фазовой диаграмме  $x$ – $y$ .
7. Флегмовое число.
8. Минимальное и максимальное флегмовое число.
9. Оптимальное и действительное флегмовое число.
10. Тепловой баланс ректификационной колонны.

## СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Плановский, А.Н. Процессы и аппараты химической и нефтехимической технологии / А.Н. Плановский, П.И. Николаев. – М. : Химия, 1987. – 496 с.
2. Касаткин, А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии / А.Г. Касаткин. – М. : Химия, 1977. – 792 с.
3. Павлов, К.Ф. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии / К.Ф. Павлов, П.Г. Романков, А.А. Носков. – Л. : Химия, 1987. – 575 с.
4. Методы расчёта процессов и аппаратов химической технологии (примеры и задачи) / П.Г. Романков, В.Ф. Фролов, О.Н. Флисюк, М.И. Курочкина. – СПб. : Химия, 1993. – 496 с.
5. Фролов, В.Ф. Лекции по курсу "Процессы и аппараты химической технологии" / В.Ф. Фролов. – СПб. : Химиздат, 2003. – 608 с.