

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Северо-Осетинский государственный университет
имени Коста Левановича Хетагурова»**

А.В. Хмелевская, Б.М. Маркарян, И.К. Сатцаева

ПРОЦЕССЫ И АППАРАТЫ ПИЩЕВЫХ ПРОИЗВОДСТВ

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ № 6-8

Учебно-методическое пособие

**Владикавказ
2023**

Хмелевская А.В., Маркарян Б.М., Сатцаева И.К. Процессы и аппараты пищевых производств. Лабораторные работы № 6-8.: Учеб.-метод. пособие. – Владикавказ: 2023. - 43с.

Приведены схемы экспериментальных установок с их подробным описанием, методики проведения экспериментальных исследований и порядок обработки полученных результатов, даны контрольные вопросы. Учебно-методическое пособие предназначено для самостоятельной работы студентов направления бакалавриата 19.03.02; 19.03.03.

Рецензент: доктор с.-х. наук, профессор кафедры технологии продуктов общественного питания ФГБОУ ВО «Северо-Кавказский горно-металлургический институт (ГТУ)» Р.Б. Темираев

Рекомендовано к печати учебно-методическим советом факультета химии, биологии и биотехнологии СОГУ

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторный практикум написан в соответствии с программами курсов кафедры технологии продуктов питания и охватывает основные процессы и аппараты пищевой промышленности. Предназначен для подготовки дипломированных специалистов направлений 19.03.02; 19.03.03.

Практикум поможет студентам в углубленном изучении теоретической базы процессов и аппаратов, овладении методами экспериментальных исследований, приобретении необходимых навыков обработки результатов экспериментов и их анализа, усвоении техники расчетов.

Конкретное наименование работ для студентов предусмотрено соответствующими рабочими программами читаемых на кафедре курсов.

В каждой работе изложена теоретическая часть, сущность процесса; цель работы; схема лабораторной установки и методика выполнения эксперимента; приведены таблица опытных данных и методика их обработки, таблица результатов расчета, контрольные вопросы для самостоятельной подготовки.

Студенты должны самостоятельно выполнить эксперимент на лабораторном стенде, обработать экспериментальные данные, проанализировать результаты и оформить отчет.

В отчет входят цель работы, схема установки со спецификацией, таблица измеряемых и рассчитываемых величин, необходимые расчеты и графики, выводы о результатах, соответствующие целям работы.

Структура пособия отвечает требованиям, предъявляемым к методике изложения учебного материала, обеспечивает условия для самостоятельной, творческой работы студентов.

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

До проведения лабораторных работ на установках студенты обязательно должны пройти инструктаж по технике безопасности согласно инструкции, которая включает в себя следующие основные положения:

Общего назначения

Все работы на установках должны проводиться только в присутствии и участии преподавателя или ответственного лица, прошедшего полный инструктаж по соблюдению правил техники безопасности.

Место, где размещена установка, запрещается загромождать посторонними предметами.

Перед включением установки произвести тщательный осмотр оборудования и приборов для определения их пригодности к работе. Электрические шнуры, вилки, розетки и выключатели не должны иметь видимых повреждений. Включать установку при наличии неисправностей запрещается.

Во время выполнения задания, студент не должен заниматься посторонними делами, не относящимися к выполнению данной работы.

Запрещается оставлять без наблюдения действующую установку.

Запрещается работать в лаборатории одному. Обязательно присутствие второго лица для оказания первой помощи в случае необходимости.

Студентам запрещается самостоятельно устранять неисправности лабораторных установок

По электрической части

Ввиду наличия на установке высокого напряжения 220 В для питания электродвигателей, ТЭНов и контрольно-измерительных приборов запрещается:

- a) Проникать за защитные ограждения присоединительных клемм;
- b) Открывать распределительный щит и защитные кожухи установок;
- c) Включать и отключать установку без разрешения преподавателя;
- d) Во избежание возможного поражения электрическим током, запрещается касаться при включенной установке:
 - одновременно к проводам измерительного прибора и к трубопроводу отопления, водопровода или замыкающему контуру;
 - одновременно к корпусу измерительного прибора и к трубопроводу отопления, водопровода или замыкающему контуру.
- i) Установка должна быть немедленно отключена, если обнаружено повреждение заземления, защитного ограждения и при внезапном прекращении подачи энергии.

При появлении дыма из электронагревателя или пускорегулирующей аппаратуры, поломки оборудования его перегрева сверх допустимой температуры и при других аварийных ситуациях, немедленно сообщить преподавателю, для последующего отключения от электросети.

При поражении электрическим током необходимо немедленно вызвать врача, а до его прибытия при необходимости оказать пострадавшему первую помощь.

По окончании работы, установка должна быть отключена в строгом соответствии с указаниями, приведенными в данном методическом указании.

Перед уходом студенты обязаны привести в порядок свое рабочее место и поставить в известность преподавателя об окончании работы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6

Изучение процесса простой перегонки при атмосферном давлении

Введение

Перегонкой, или дистилляцией называется процесс разделения жидких смесей на отличающиеся по составу фракции.

Целью перегонки является: удаление растворителей, разделение нескольких продуктов реакции, имеющих различные температуры кипения, очистка жидких веществ от примесей, определение температуры кипения вещества с целью идентификации и контроля степени её чистоты.

Способы перегонки подразделяются на две группы: простая перегонка и ректификация. По условиям проведения различают три вида перегонки: при атмосферном давлении, при уменьшенном давлении (перегонка под вакуумом) и с водяным паром.

Процесс основывается на различии при кипении составов жидкости и образующегося из нее пара. Простую перегонку осуществляют путем однократного частичного испарения жидкости и последующей конденсации пара (рис. 3).

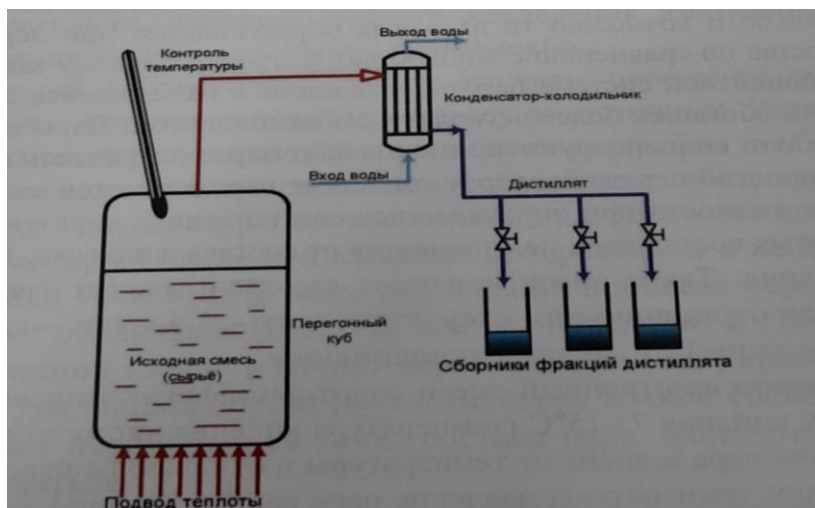


Рис. 3 Схема установки для простой перегонки

В целях упрощения будем рассматривать разделение двухкомпонентной (бинарной) смеси. Из двух компонентов один будет иметь меньшую температуру кипения (этиловый спирт) и, следовательно, большее давление пара. Его мы назовём низкокипящим компонентом (НKK). Второй компонент, температура кипения которого выше (вода), а давление пара меньше, назовём высококипящим компонентом (ВKK). Состав бинарной смеси будем выражать

в мольных долях НКК и обозначать через x - его концентрацию в жидкой фазе, а через y - концентрацию в паровой фазе. Понятно, что концентрация второго компонента, ВКК, в жидкой фазе будет $(1-x)$, а в паровой - $(1-y)$. Количество взятой на разделение смеси обозначим F , количество полученного дистиллята D , количество кубового остатка W . Концентрацию НКК в исходной смеси обозначим x_F , его концентрацию в общем количестве полученного дистиллята x_D , а в кубовом остатке - x_w .

Франсуа Мари Рауль установил зависимость парциального давления компонента над раствором от его концентрации в жидкой фазе. Эта зависимость известна сегодня как закон Рауля. Системы, которые подчиняются закону Рауля, называют идеальными. К ним можно отнести смеси, образованные изомерами или гомологами, т.е. веществами одного класса. Например, нефть и её фракции (бензиновая, керосиновая и т.д.) неплохо описываются законом Рауля. Для таких смесей можно рассчитать температуры начала и конца кипения при известных давлении и составе жидкости, состав равновесного пара над кипящей жидкостью и некоторые другие параметры. Хуже обстоит дело с системами, образованными веществами различных классов и особенно содержащими в своём составе воду. Их называют неидеальными. Рассчитать параметры равновесия для таких смесей нельзя.

Над всеми жидкостями в результате их испарения устанавливается равновесие между жидкостью и паром, следовательно, определенное давление пара. Разделение жидкости возможно тогда, когда образующийся при перегонке пар имеет другой состав по сравнению с жидкостью. Согласно первому закону Коновалова, в двух компонентной системе пар, по сравнению с находящейся с ним в равновесии жидкостью, обогащен более легколетучим компонентом. Пары отводятся в дефлегматор, где они конденсируются, и конденсат через охладитель поступает в приёмник. При простой перегонке пар и конденсат перемещаются в одном направлении. Некоторые жидкости при определенных соотношениях образуют смеси, при перегонке которых состав пара не отличается от состава жидкости, и они перегоняются без разделения. Такие смеси называют азеотропными, (от греч. a - приставка, означающая отрицание или отсутствие чего-либо, zeo - киплю и $trope$ – поворот, изменение) т.е. нераздельнокипящие.

Примером азеотропной смеси спирт-ректификат-этиловый спирт, имеющий температуру кипения $73,15^{\circ}\text{C}$ (температура кипения чистого спирта

78,3°C). Величина давления пара зависит от температуры и от природы перегоняемой жидкости. С повышением температуры давление пара растёт. На рис.4 приведен график зависимости равновесного давления пара от температуры для некоторых веществ.

По графику можно определить температуру кипения вещества при различных давлениях. Для этого от точки ординаты, соответствующей определенному значению давления, проводят горизонтальную линию. Пересечение этой линии с кривой давления пара соответствует температуре кипения вещества.

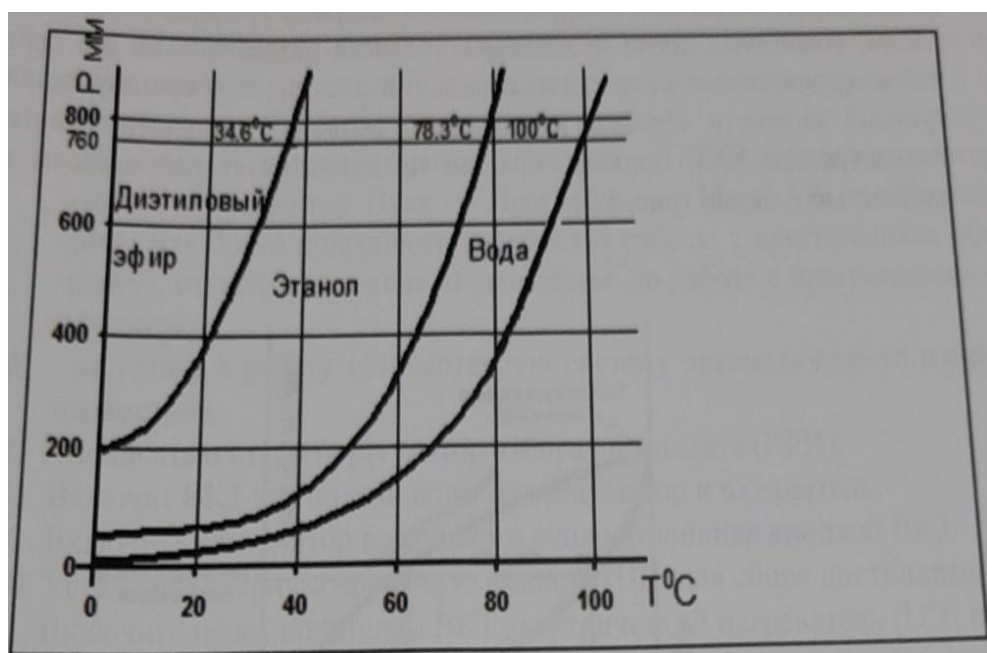


Рис. 4 Зависимость равновесного давления паров воды, этанола, диэтилового эфира от температуры

В современном понимании термин «азеотропная смесь» означает такую жидкую смесь, при кипении которой образуется пар того же состава, что и кипящая жидкость. Разделение жидких смесей перегонкой основано как раз на отличии состава, образующегося пара от состава исходной кипящей смеси. Следовательно, добиться полного разделения азеотропных смесей, на «чистые компоненты», перегонкой невозможно.

В данной лабораторной работе изучаем перегонку смеси этилового спирта и воды, которая относится к классу азеотропных. Рассмотрим график зависимости температур кипения и конденсации (график изобар), рис. 5.

Взятая исходная смесь в количестве F и с концентрацией НКК X_F нагревается до температуры начала кипения $t_{нк}$. При кипении образуется пар

состава u_D , который после конденсации превращается в жидкий дистиллят с концентрацией НКК X_D . По мере проведения процесса перегонки исходный раствор будет обедняться НКК, так как тот переходит в дистиллят. Поэтому точка М на линии кипения начнёт перемещаться (мигрировать) вверх и влево, температура кипения будет расти. Вслед за точкой состава кипящей жидкости М будет перемещаться точка состава пара. Концентрация НКК в нём будет уменьшаться.

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

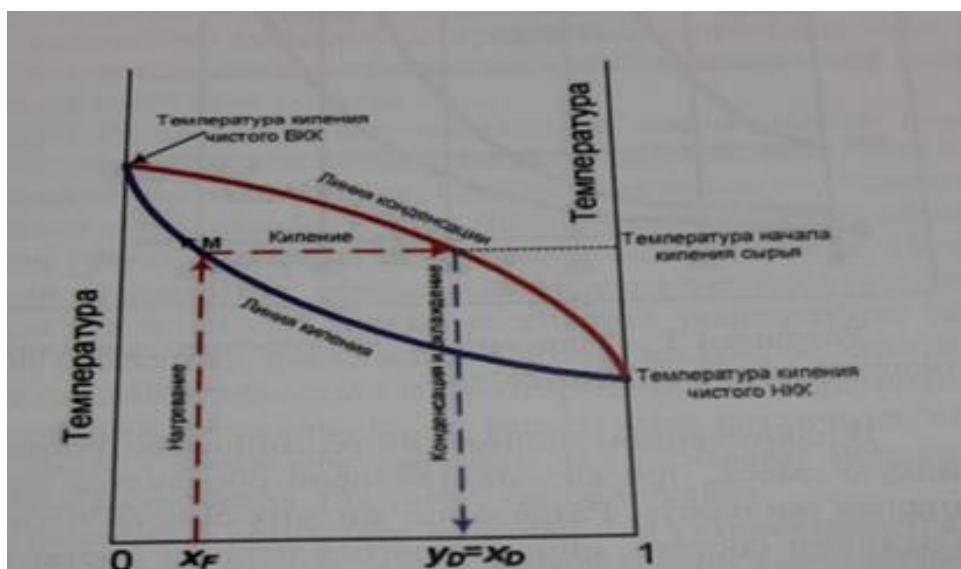
- материальный баланс по всему сырью

$$F = D + W \quad (11)$$

- материальный баланс по НКК

$$F x_f = D x_d + W x_w. \quad (12)$$

Согласно первому уравнению всё взятое в процесс сырьё разделилось на дистиллят и кубовый остаток. Согласно второму уравнению весь низкокипящий компонент после проведения процесса разделился на две неравные части: основное его количество перешло в дистиллят и немного осталось в кубовой жидкости. Простая перегонка не позволяет получить в дистилляте концентрацию НКК больше, чем это предписывается равновесием между жидкостью и паром (рис. 5).



Составы жидкости (x) и пара (y)

Рис. 5 Процесс простой перегонки на графике температур кипения и конденсации

Простая перегонка (рис. 5) не позволяет получить чистые НКК и ВКК. Полученные дистиллят и остаток надо снова и снова подвергать перегонке. Это потребует больших затрат времени и энергии, увеличение потерь целевого продукта. Поэтому в промышленности для разделения жидких смесей на чистые компоненты применяется процесс ректификации.

Цель работы

Повышение уровня знаний в вопросе устройства и работы перегонного аппарата, а также процессов, происходящих при простой перегонке.

Задачи работы

1. Ознакомление с устройством и принципом работы установки для простой перегонки.
2. Изучение процесса перегонки бинарной смеси на установке периодического действия.

Описание экспериментальной установки

Лабораторный стенд предназначен для изучения устройства насадочной ректификационной колонны и процесса ректификации технического этилового спирта и многокомпонентной смеси. Принципиальная схема установки представлена на рис. 6.

Внимательно ознакомиться со схемой (рис. 6) и измеряемыми параметрами.

Замеряемые параметры:

- 1 - Температура в кубовом испарителе.
- 2- Температура в верхней части колонны.
- 3 - Температура охлаждающей воды на входе в охладитель.
- 4 - Температура охлаждающей воды на входе в дефлегматор.
- 5 - Температура охлаждающей воды на выходе из дефлегматора.
- 6- Давление в кубовом испарителе.
- 7- Расход охлаждающей воды.
- 8, 9 - Разность давлений дистиллята.

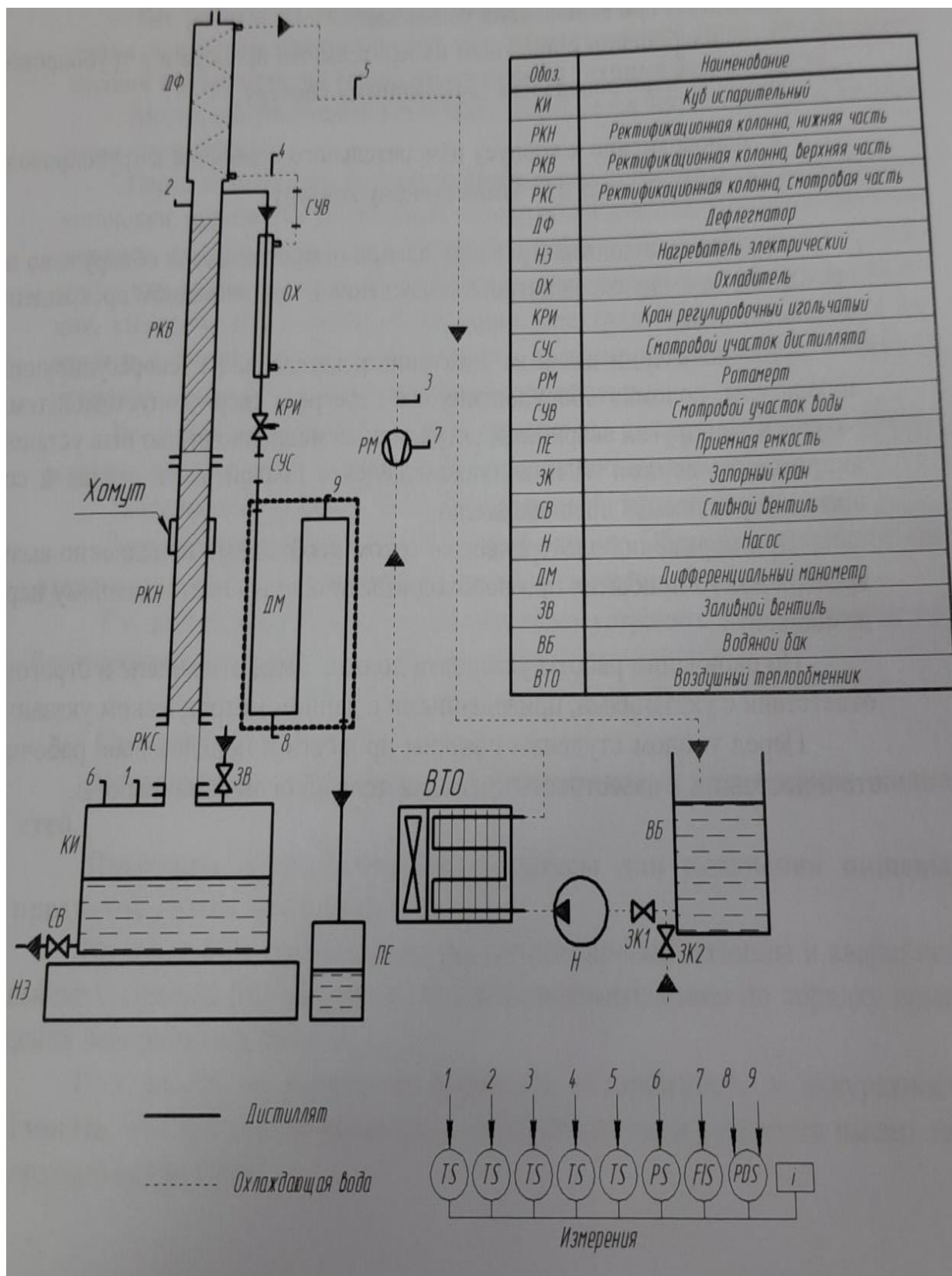


Рис. 6 Принципиальная схема лабораторной установки

Установка периодического принципа действия состоит из испарительного куба (КИ), установленного на электрическом нагревателе (НЭ) и ректификационной колонны, состоящей из трех частей: смотровой (РКС), нижней (РКН) и верхней (РКВ). Верхняя часть включает в себя конденсирующее устройство (дефлегматор ДФ), охладитель (конденсатор ОХ), регулятор отбора спирта (КРИ) и систему связывающих их патрубков. Дефлегматор в верхней части имеет штуцер, соединяющий его с атмосферой, что позволяет проводить процесс при атмосферном давлении. При ректификации в дефлегматор (ДФ) и охладитель (ОХ) подается охлаждающая вода. Циркуляция воды может осуществляться по замкнутому контуру с охлаждением воды в воздушном теплообменнике (ВТО), или с подачей воды из водопроводной сети, тогда к крану ЗК2 необходимо подключить водопроводную воду, а шланг возврата воды в водяной бак к канализационной сети. В испарительной емкости (КИ) установлены термopара для замера температуры кипения и штуцера для измерения давления образующегося пара, залива смеси и слива кубового остатка.

Концентрацию получаемого дистиллята определяют по текущим значениям его плотности с помощью гидростатического плотномера (по разности давлений 9, 10) или с помощью ареометра. Перепад давления жидкости (9, 10), давление в кубовой части (6) и давление воды (7) измеряются датчиком давления. Температуры в кубовой части (1), в верхней части колонны (2), а также по ходу движения охлаждающей воды (3,4,5) термopарами, электрические выходы которых заведены на многоканальный измеритель. Все основные параметры, характеризующие процесс ректификации, регистрируются компьютерной системой измерения и в режиме реального времени отображаются на экране в виде графиков или таблицы. Полученные результаты можно сохранить в виде таблицы в формате Excel, для последующего анализа.

Жидкость заливается в кубовую часть через заливной вентиль ЗВ.

Остаток сливается при открытии сливного вентиля СВ.

Внимание! Кубовый остаток сливать только в холодном состоянии.

Кнопки управления:

«Сеть 220В», двухполюсный автоматический включатель - электропитание стенда;

ВК1 - включение нагревателя;

ВК2 - насос (Н);

ВК3 - вентилятор воздушного теплообменника (ВТО).

Примечание: Индикаторная лампочка на вертикальной панели указывает на наличие электропитания.

Проверить: аварийная кнопка «Стоп» должна находиться в отжатом положении. Для этого повернуть её по часовой стрелке (направление стрелки указано на кнопке).

Методика выполнения работы

1. Ознакомиться со схемой лабораторной установки (рис. 6) и расположением приборов. Составить ее описание и заготовить таблицы для регистрации результатов испытаний.
2. Проверить правильность сборки и герметичность системы патрубков.
3. Подключить стенд к сети 220 В и включить питание сети двухполюсным выключателем.
4. Залить примерно 3л исходной жидкости (но не более $\frac{3}{4}$ объема) в испарительную емкость (КИ), с концентрацией не более 15%. Предварительно измерить действительную концентрацию (XF, ареометром) и начальную температуру смеси (tnF). Объемную концентрацию перевести в массовую, полученные значения занести в табл.
5. Подключить автоматизированный стенд к USB разъему компьютера и запустить программу Пуск - Программы - MeasLAB - «Ректификация». Для более подробного знакомства работы с программным обеспечением, откройте описание «Руководство по работе с программным обеспечением».
6. Запустить в работу компьютерную систему автоматического измерения параметров.
7. Полностью открыть регулятор отбора дистиллята (КРИ).
8. Включить ВК2 для подачи воды в дефлегматор и охладитель.
9. Включить вентилятор воздушного теплообменника кнопкой ВК3.
10. Установить мерную приемную емкость (ПЕ) для сбора дистиллята.

11. Включить переключателем ВК1 электрический нагреватель (НЭ) и выставить максимальную мощность нагрева (1000). **Оставлять установку без контроля на это время запрещается, так как при максимальной мощности конденсатор (дефлегматор) может не справиться с нагрузкой по образующемуся пару и колонна может «захлебнуться».**

12. При достижении температуры кипения основного вещества (этилового спирта), отобрать дистиллят в узком интервале температур $t_k = 78,3 + (1,0 \div 1,5)$ °С, регулируя мощность нагрева (примерно мощность надо выставить 600).

13. Определить расход дистиллята, замерив поступление дистиллята в мерную емкость в единицу времени и его концентрацию x_D , значение занести в табл.

14. В конце эксперимента замерить концентрацию x_w и температуру кипения t_{kw} кубового остатка, результаты занести в табл.2.

15. Выключить нагреватель испарительной ёмкости (кнопка ВК1). После того, как колонна остынет, выключить ВК2 и ВК3. Выключить систему измерения.

16. Отключить установку от электрической сети автоматическим выключателем «Сеть 220В».

17. После слива кубового остатка и очистки испарительной ёмкости, привести установку в исходное состояние.

18. Произвести обработку полученных данных, результаты занести в табл.

19. Ответить на контрольные вопросы и сделать самостоятельные выводы по выполненной работе.

Обработка опытных данных и составление отчета

$$x_{Dcp} = \frac{Fx_F - Wx_w}{F - W} \quad (13)$$

Определить средний состав дистиллята:

где, F- начальное количество перегоняемой жидкости;

W - остаток жидкости в кубе после перегонки;

x_F - содержание низкокипящего компонента в начальной смеси;

x_w - содержание низкокипящего компонента в остатке после перегонки.

$$e = \frac{x_{Dcp} - x_{D3}}{x_{Dcp}} \cdot 100, \% \quad (14)$$

Найденный экспериментально средний состав дистиллята x_{Dcp} , сравнить с расчетным x_{Dcp} и определить ошибку ϵ , %:

Определить расход тепла на перегонку, который складывается из трех величин: а) расхода тепла на подогрев исходной смеси:

$$Q_1 = F C_F (t_{kF} - t_{nF}),$$

где C_F – удельная, теплоемкость исходной смеси, кДж/(кг. К);

C_c C_v - удельная теплоемкость компонентов в смеси (спирта и воды), кДж/(кг. К);

t_{kF} - температура кипения исходной смеси, °С;

t_{nF} - начальная температура исходной смеси, °С;

Удельная теплоемкость исходной смеси определяется по формуле:

$$C_F = C_c \cdot x_F + C_v \cdot (1 - x_F)$$

б) расхода тепла на конденсацию дистиллята:

$$Q_2 = G_d \cdot r_d,$$

где G_d , расход дистиллята, кг/с;

r_d - теплота парообразования дистиллята, кДж/кг;

r_c ; r_v — теплота парообразования компонентов смеси, кДж/кг/

Теплота парообразования дистиллята определяется по формуле:

$$r_d = r_c \cdot x_{d3} + r_v (1 - x_{d3})$$

в) расхода тепла на нагрев кубового остатка:

$$Q_3 = W c_w (t_{kw} - t_{kF}),$$

где c_w - удельная теплоемкость кубового остатка, кДж/(кг-К);

t_{kw} - температура кипения кубового остатка в конце процесса перегонки, °С.

Удельная теплоемкость кубового остатка определяется по формуле:

$$C_w = C_c \cdot X_w + C_b (1 - X_w) \quad (15)$$

где X_w - концентрация кубового остатка.

Тогда общий расход тепла:

$$Q = Q_1 + Q_2 + Q_3. \quad (16)$$

$$\begin{aligned} Q_D &= G_D r_D \\ &= G_w c_{pw} (t_{wD}^{Bx} - t_{wD}^{Bx}), \end{aligned} \quad (17)$$

Составить тепловой баланс дефлегматора, без учета потерь в окружающую среду и определить тепловую нагрузку на дефлегматор

где, G_w – расход охлаждающей воды через дефлегматор, кг/с;

c_{pw} – теплоемкость воды при средней температуре в дефлегматоре, кДж/кг•К);

$t_{wD}^{вх}$, $t_{wD}^{вых}$ - температура воды на входе и выходе дефлегматора, соответственно, °С.

Контрольные вопросы

1. Какой процесс называют перегонкой?
2. Перечислите основные цели перегонки.
3. Первый закон П.Д. Коновалова.
4. Какие смеси называют азеотропными или нераздельно кипящими? Почему их нельзя разделить с помощью перегонки?
5. Дайте определение температуры кипения вещества. Как температура кипения зависит от давления? Как такая зависимость изменяется в процессе перегонки?
6. Какие основные виды перегонки вам известны?
7. Каковы основные этапы процесса перегонки?
8. Из каких основных частей должна состоять установка для перегонки при атмосферном давлении?

9. Как фиксируют температуру кипения отдельных фракций?

10. С какой скоростью проводят перегонку? Как изменяют интенсивность нагрева куба в ходе перегонки?

11. Какой порядок разбора установки после перегонки?

Таблица 2 - Результаты измерений и расчетные данные

№п/п	Наименование	Обозначение	Единица измерения	Значение
Экспериментальные данные				
1	Количество исходной смеси	F	кг	
2	Концентрация исходной смеси по низкокипящему компоненту	X_F	Масс. доли	
3	Средняя концентрация дистиллята	X_D	Масс. доли	
4	Концентрация кубового остатка	X_W	Масс. доли	
5	Начальная температура исходной смеси	t_{nF}	°C	
6	Температура в верхней части колонны	t_{KF}	°C	
7	Температура кипения кубового остатка	t_{KW}	°C	
8	Количество кубового остатка	W	кг	
9	Количество дистиллята	D	кг	
10	Давление в кубовой части	P	кПа	
11	Расход дистиллята	G_D	кг/с	
12	Температура воды на входе в дефлегматор	twD^{BX}	°C	
13	Температура воды на выходе из дефлегматора	twD^{BIX}	°C	
Расчетные данные				
1	Средняя концентрация дистиллята	X_{Dcp}	Масс. доли	
2	Процент ошибки в определении концентрации дистиллята	ϵ	%	
3	Общий расход тепла на перегонку	Q	кВт	
4	Тепловая нагрузка на дефлегматор	Q_D	кВт	

РАБОТА №7

**ИЗУЧЕНИЕ УСТРОЙСТВА НАСАДОЧНОЙ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ
КОЛОННЫ И ПРОЦЕССА РЕКТИФИКАЦИИ ТЕХНИЧЕСКОГО
ЭТИЛОВОГО СПИРТА**

Введение

Ректификацией называется тепломассообменный процесс разделения жидких гомогенных смесей путем взаимного обмена компонентами между жидкостью и паром, получаемым за счет испарения разделяемой смеси. Процесс основан на различной летучести компонентов, составляющих смесь, т.е. на различии температур их кипения при одном и том же давлении.

Процесс ректификации осуществляют в колоннах, представляющих собой вертикальные цилиндрические аппараты с контактными устройствами, в качестве которых используются тарелки или насадки различных конструкций.

Ректификационная колонна — это противоточный колонный аппарат, в котором по всей его высоте реализуется процесс тепломассообмена между стекающей вниз флегмой (жидкостью) и поднимающимся вверх паром, причём температура пара на $0,5 \div 2^{\circ}\text{C}$ выше температуры жидкости. Процесс тепломассообмена заключается в непрерывном обмене теплом и отдельными компонентами между жидкой и паровой фазами. Жидкая фаза обогащается более высококипящим компонентом, а паровая фаза более низкокипящим, т.е. из пара в жидкость уходит ВКК, а из жидкости испаряется НКК и переходит в пар. В результате пар, дойдя до верха, превращается в практически чистый НКК, а жидкость, дойдя до низа, в почти чистый ВКК. Движущей силой этого

обмена на границе двух фаз является стремление жидкой и паровой фазы к их равновесному состоянию.

В ректификационной колонне навстречу друг другу проходят неравновесные по составу потоки пара и жидкости. Пар в колонне идет снизу вверх, а жидкость стекает сверху вниз. В результате контактного взаимодействия пар обогащается более летучим (низкокипящим) компонентом, а жидкость - менее летучим (высококипящим). Развитая поверхность контакта фаз на тарелках образуется пузырьками и струями пара при многократном его прохождении (барботаже) через слои жидкости.

Ректификационные колонны широко применяются в нефтяной, нефте - химической, газовой и пищевой промышленности.

Известно, что этиловый спирт хорошо растворяется в воде, образуя бинарную водно-спиртовую смесь с различным содержанием спирта. Температура кипения 100% этилового спирта ($t_{\text{кип}}=78,3^{\circ}\text{C}$ при давлении 760 мм рт. ст.) значительно отличается от свойств дистиллированной воды и это различие используется при разделении компонентов различных спиртосодержащих материалов для получения спирта высокой концентрации. Различают молярную, массовую и объемную концентрации спирта.

Выделение из водно-спиртовой смеси спирта должно осуществляться при температуре кипения, соответствующей концентрации смеси, и при постоянном давлении паров над смесью. При давлении 760 мм рт. ст. температура кипения различных по концентрации водно-спиртовых смесей практически непрерывно уменьшается от 100°C при концентрации спирта 0% до $78,3^{\circ}\text{C}$ при 100%. Исключение составляет некоторая область концентраций вблизи азеотропной точки А, (94,6%), где температура кипения становится несколько ниже температуры кипения 100%-го спирта (рис.7). Азеотропными или нераздельно кипящими называют смеси, у которых пар, находящийся в равновесии с жидкостью имеет тот же состав, что и кипящая смесь.

Для получения спирта-ректификата применяются установки непрерывного действия (рис. 8). В них спирт-сырец и перегретый водяной пар

смешиваются в нижней части ректификационной колонны и превращаются в водно-спиртовой пар с температурой 94°C.

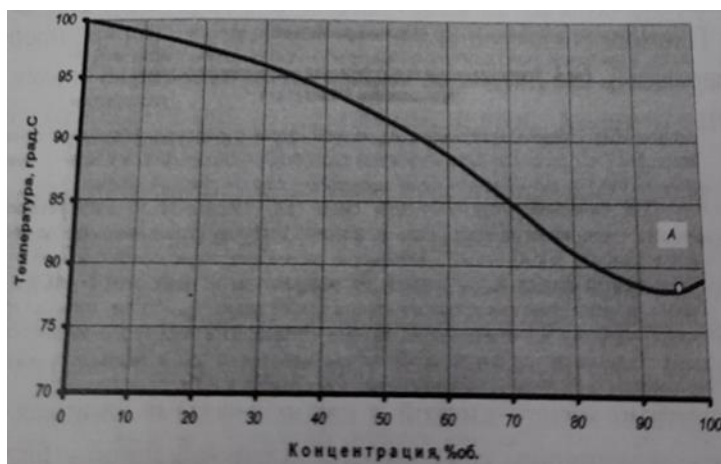


Рис. 7 Зависимость температуры насыщенного водно - спиртового пара при давлении 760 мм рт. ст.

Цель работы

Повышение уровня знаний в вопросе устройства и работы ректификационной установки, а также процессов, происходящих при ректификации.

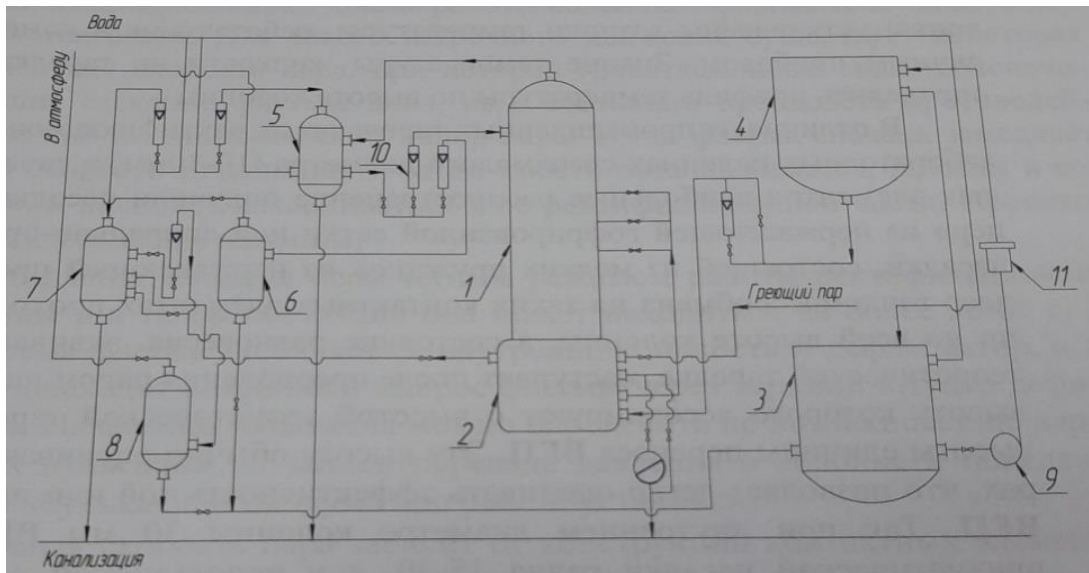
Задачи работы

1. Изучение процесса ректификации этилового спирта на установке периодического действия.
2. Ознакомление с конструкцией насадочной ректификационной колонны.
3. Изучение принципов управления ректификационной установкой.
4. Приобретение навыков вывода установки на рабочий режим.
5. Определение числа теоретических тарелок.
6. Составление теплового баланса дефлегматора и определение количества тепла, отводимого при конденсации паров спирта.

Описание экспериментальной установки

Исходная смесь хранится в баке-хранилище 3, из которого насосом 9 через фильтр 11 подается в напорный бак 4. Из напорного бака 4 исходная

смесь самотеком через ротаметр поступает в подогреватель, расположенный в кубе 2, где она нагревается кубовым остатком. Температуру исходной смеси после подогрева определяют по показанию термометра. В ректификационную колонну 1 подогретая исходная смесь поступает на 7, 9 или 11 тарелки, считая



сверху. Колонна имеет 12 ситчатых тарелок с сегментными сливными устройствами. Внутренний диаметр колонны 200мм.

Рис. 8 Принципиальная схема промышленной установки непрерывного действия с использованием греющего пара: 1 - ректификационная колонна; 2 - куб; 3 - бак-хранилище; 4 - напорный бак; 5 - дефлегматор; 6 - сборник дистиллята; 7 - холодильник кубового остатка; 8 - сборник кубового остатка; 9 - насос; 10 - ротаметр; 11 - фильтр

С нижней тарелки жидкость стекает в куб-испаритель 2, имеющий внутри змеевик, обогреваемый паром. Конденсат греющего пара из змеевика отводится в канализацию через конденсационный горшок. Расход греющего пара регулируется вентилем, а давление определяется по манометру. В кубе-испарителе часть жидкости превращается в пар, а другая отводится в качестве кубового остатка. Кубовый остаток проходит холодильник 7, где охлаждается водой, и поступает в сборник 8. Из сборника 8 кубовый остаток возвращается в бак-хранилище 3. Сборники 6, 8 и межтрубное пространство дефлегматора 5 сообщены с атмосферой, что обеспечивает работу колонны под атмосферным давлением. С верхней части колонны пар, обогащенный низкокипящим

компонентом, поступает в дефлегматор 5, который также охлаждается водой. Расход воды измеряется ротаметром, а температура ее на входе и выходе - термометрами. Жидкость, образовавшаяся в дефлегматоре после полной конденсации пара, делится на две части. Одна в виде флегмы подается на орошение колонны, а другая отбирается в виде дистиллята, который поступает в сборник 6 и далее направляется в бак-хранилище 3. Количество флегмы и дистиллята измеряется ротаметрами.

Колонна оборудована пробоотборниками жидкости с тарелок, флегмы, дистиллята, жидкости в кубе, а также пробоотборниками пара, поступающего на тарелку, и покидающего пенный слой. Пробоотборники пара снабжены теплообменниками типа «труба в трубе», в которых пробы пара конденсируются, и конденсат собирается в отдельные ёмкости. На каждой тарелке колонны установлены датчики температуры, работающие в комплекте с вторичным прибором. Знание температуры жидкости на тарелках позволяет определить профиль температуры по высоте колонны.

В отличие от промышленных тарельчатых ректификационных колонн в лабораторных колоннах сверхмалого диаметра (10-30мм) в качестве контактных элементов наибольшее распространение получили насадки типа «Зульцер» из нержавеющей гофрированной сетки или спирально-призматической насадки, состоящей из мелких пружинок из нержавеющей проволоки. Процесс тепломассообмена на таких контактных элементах проходит непрерывно по всей высоте колонны, а состояние равновесия, эквивалентное одной теоретической тарелке, наступает после преодоления паром некоторого слоя, высоту которого ассоциируют с высотой теоретической тарелки **ВТТ** или высоты единицы переноса **ВЕП**. Эту высоту обычно оценивают в миллиметрах, что позволяет легко оценивать эффективность той или иной насадки по **ВЕП**. Так при внутреннем диаметре колонны 30 мм **ВЕП** спирально-призматической насадки равна 15-30, а у используемой в нашем случае насадки «Зульцер», 20-25 мм. Однако уже при диаметре колоны 40 мм их эффективность фактически одинакова и **ВЕП**

составляет 25-30 мм. Таким образом, у насадочных колонн высота единицы переноса сильно зависит от диаметра колонны и стремительно возрастает при его увеличении. Поэтому одним из перспективных направлений повышения энергоэффективности промышленного оборудования является его миниатюризация и использование большого количества контактных элементов.

Процесс ректификации этилового спирта на установке осуществляется следующим образом:

- вначале кубовая жидкость с помощью электрического нагревателя, работающего в стартовом режиме, при максимальной мощности доводится до кипения;
- образующийся в кубе пар поднимается по ректификационной колонне и попадает в дефлегматор (ДФ), где конденсируется, образуя дистиллят;
- часть дистиллята (флегма) возвращается в верхнюю царгу (РКВ), а оставшаяся часть через охладитель (КД) поступает в приемную емкость (ПЕ). Соотношение между расходами флегмы и отбираемого дистиллята называется **флегмовым числом** и управляется вручную регулятором отбора дистиллята (КРИ). При этом по всей высоте колонны происходит непрерывный процесс тепломассообмена между стекающей вниз флегмой и поднимающимся вверх паром. В результате в верхней части колонны накапливается в виде пара и флегмы самый легкокипящий компонент кубовой жидкости, а следом за ним по высоте колонны выстраивается «очередь» других веществ с более высокой температурой кипения (для многокомпонентных жидкостей);
- при достижении температуры паров 78,3 °С начинается процесс ректификации этилового спирта. Схема работы колонны - флегма течет вниз, а пар движется вверх. Для такого встречного движения существует некоторая предельная скорость пара, при которой гравитационные силы, обеспечивающие стекание флегмы вниз, не в состоянии преодолеть противодействующий им динамический напор пара. Тогда флегма сначала замедляет свою скорость течения вниз, затем просто останавливается, повисая

- в колонне, и начинает накапливаться в ее ректификационной части. Происходит захлебывание колонны;
- захлебывание является нерасчетным режимом работы ректификационной колонны и в таком состоянии она может находиться не более 30-60 с. За это время флегма заполняет ее внутреннюю полость и дефлегматор, а затем происходит аварийный выброс флегмы через верхний штуцер дефлегматора. Начало захлебывания можно определить по возникновению характерных пульсаций на записи перепада давления в колонне и появлению звуков «булькающего» шума при работе установки;
 - предельная скорость пара зависит от конструкции контактных элементов, загромождения ими внутреннего сечения колонны. Обычно она находится в пределах 0,5 до 1,2 м/с. При этом максимальная эффективность разделения смеси реализуется как раз при работе колонны вблизи состояния захлебывания;
 - стоит обратить внимание, что захлебывание колонны может наступить и при правильно подведенной к нагревателю технологической мощности.
- Существует несколько причин такого явления: засорение нижней части колонны пеной за счет использования некачественного спиртосодержащего сырья, переполнения испарительной емкости исходной жидкостью, попытки использования колонны в высокогорной местности. Необходимо также контролировать наличие повышенного напряжения в сети, приводящего к заметному увеличению мощности, выделяемой нагревателем;
- для получения высококачественного спирта-ректификата флегмовое число должно быть не менее трех. Это означает, что из 4-х частей дистиллята в спиртоприемник отбирается одна часть, а три остальные части должны быть отправлены обратно в ректификационную колонну для орошения;
 - при полностью открытом отборе дистиллята флегмовое число становится равным нулю. При этом контактные элементы ректификационной колонны полностью «иссушаются» и ректификационная установка превращается в

перегонный аппарат с низкой очисткой и недостаточно высокой концентрацией получаемого этилового спирта.

Методика выполнения работы

1. Ознакомиться со схемой лабораторной установки, рис. 6 и расположением приборов. Составить ее описание и заготовить таблицы для регистрации результатов испытаний.
2. Проверить правильность сборки и герметичность системы патрубков.
3. Подключить стенд к сети 220 В и включить питание сети двухполюсным выключателем.
4. Залить примерно 3л исходной жидкости (но не более 3/4 объема) в испарительную емкость (КИ), спирта-сырца с концентрацией не более 15%.

Предварительно измерить действительную концентрацию (X_F , ареометром) и начальную температуру смеси (t_{nF}). Объемную концентрацию перевести в массовую, полученные значения занести в табл.

5. Подключить автоматизированный стенд к USB разъему компьютера и запустить программу Пуск – Программы - MeasLAB - «Ректификация». Для более подробного знакомства работы с программным обеспечением, откройте описание «Руководство по работе с программным обеспечением».
6. Запустить в работу компьютерную систему автоматического измерения параметров.
7. Закрыть регулятор отбора дистиллята (КРИ), колонна в этом режиме будет работать на «себя». Отбора дистиллята не будет.
8. Включить ВК2 для подачи воды в дефлегматор и охладитель.
9. Включить вентилятор воздушного теплообменника кнопкой ВК3.
10. Включить переключателем ВК1 электрический нагреватель (НЭ) и выставить максимальную мощность нагрева (1000).
11. При достижении температуры кипения основного вещества (этилового спирта), контролировать температуру в верхней части колонны $t_k=78,3+(1,0\div 1,5)^\circ\text{C}$, регулируя мощность нагрева. **Оставлять установку без контроля на это время запрещается, так как при максимальной**

мощности конденсатор (дефлегматор) может не справиться с нагрузкой по образующемуся пару, и колонна может «захлебнуться».

12. В установившемся режиме, все показания приборов должны оставаться постоянными, снять значения.

Расход воды, подаваемой в охладитель и дефлегматор ----- л/с

Температуру воды, поступающей в охладитель ----- °C

Температуру воды, на выходе охладителя ----- °C

Температуру воды, поступающей в дефлегматор ----- °C

Температуру воды на выходе из дефлегматора ----- °C

Температуру в кубовом испарителе ----- °C

Давление пара в кубовом испарителе ----- Па

13. Установить приемную емкость (ПЕ) для сбора дистиллята.

14. Регулируя мощность нагрева и расход дистиллята через КРИ добиться капельного течения дистиллята через СУС (примерно $20 \div 30$ капель за 20 с), что соответствует примерно флегмовому числу равному 4. При этом важно не допустить захлебывания колонны, начало которого можно определить по возникновению характерных пульсаций на записи перепада давления в кубовой части и появлению звуков «булькающего» шума при работе установки.

15. В установившемся режиме, снять значения.

Расход воды, подаваемой в охладитель и дефлегматор ----- л/с

Температуру воды, поступающей в охладитель ----- °C

Температуру воды, на выходе охладителя ----- °C

Температуру воды, поступающей в дефлегматор ----- °C

Температуру воды на выходе из дефлегматора ----- °C

Температуру в кубовом испарителе ----- °C

Давление пара в кубовом испарителе ----- Па

Флегмовое число -----

16.Отбор спирта контролировать по показаниям температуры в верхней части колонны и показаний дифференциального манометра (значение должно оставаться постоянным).

17.Замерить ареометром концентрацию дистиллята (этилового спирта) x_D , значение занести в табл.

18.После окончания работы выключить нагреватель испарительной ёмкости (кнопка ВК1). После того, как колона остынет, выключить ВК2 и ВК3.

Выключить систему измерения.

19.Отключить установку от электрической сети автоматическим выключателем «Сеть 220В».

20.После слива кубового остатка и очистки испарительной ёмкости, привести установку в исходное состояние.

21.Произвести обработку полученных данных и занести результаты в табл.

22.Определить число теоретических тарелок.

23.Ответить на контрольные вопросы и сделать самостоятельные выводы по выполненной работе.

Обработка опытных данных и составление отчета

Построить по данным, (Приложение) для смеси этиловый спирт – вода при атмосферном давлении, кривую равновесия в координатах $y-x$.

Отметить на оси абсцисс значения концентраций исходной смеси x_F , дистиллята x_D кубового остатка x_W .

Определить:

$$R_{\min} = \frac{x_D - y^*F}{y^*F - x_F} \quad (18)$$

Минимальное число флегмы

где, значение y^*F - равновесная концентрация низкокипящего компонента (этилового спирта) находится по равновесной кривой рис.9;

x_D - содержание низкокипящего компонента в дистилляте (концентрация дистиллята);

x_F - концентрация исходной смеси.

Флегмовое число R - отношение расхода флегмы к расходу дистиллята
 $R = 1,3 R_{\min} + 0,3$.

Затем на диаграмму y - x нанести рабочую линию верхней части колонны

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1} \quad (19)$$

Вычислить отрезок, который отсекает рабочая линия на оси ординат, (рис. 9).

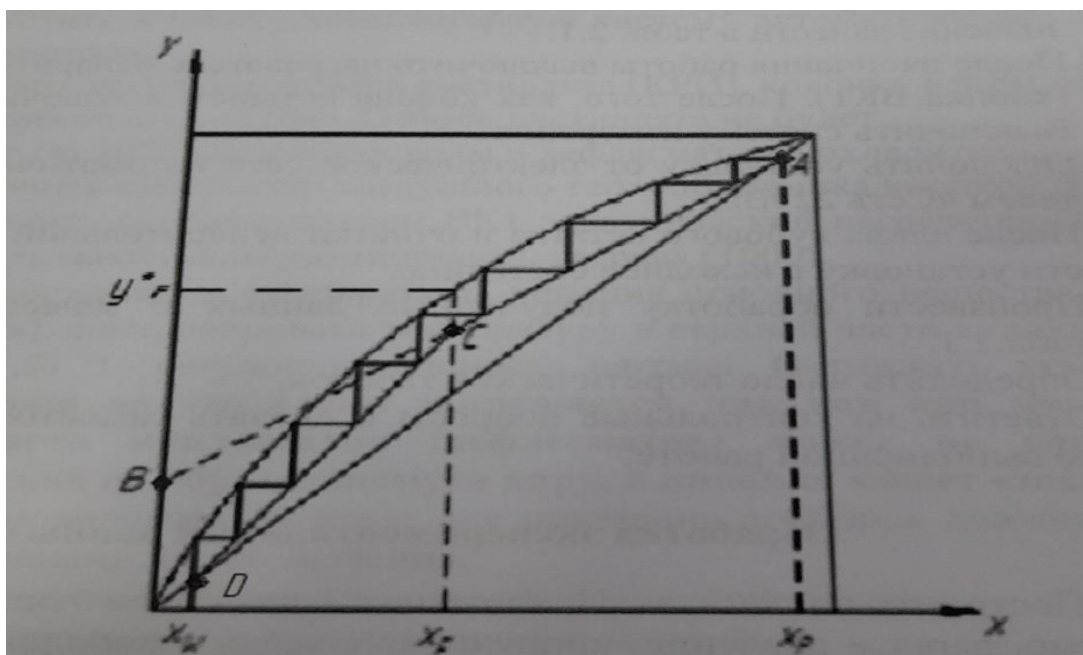


Рис. 9 Определение числа теоретических тарелок

Через точку A ($x_F = y_F$) и полученный отрезок провести рабочую линию верхней части колонны. Через точку D ($x_W = y_W$) и точку C провести рабочую линию нижней части колонны. Между равновесной и рабочими линиями строят ступени изменения концентраций. Каждая ступень соответствует одной теоретической тарелке. Методом графического построения определить число теоретических ступеней (тарелок) n_T .

При работе колонны «на себя» дистиллят не отбирается, т.е. флегмовое число равно бесконечности. В этом случае рабочая линия колонны совпадает с диагональю.

Таблица 3 - Результаты измерений и расчетные данные

№ п/п	Наименование	Обозначение	Единица измерения	Значение
Экспериментальные данные				
1	Количество исходной смеси		кг	
2	Концентрация исходной смеси по низкокипящему компоненту		Масс. доли	
3	Средняя концентрация дистиллята		Масс. доли	
4	Концентрация кубового остатка		Масс. доли	
5	Экспериментальное флегмовое число			
Расчетные данные				
1	Минимальное флегмовое число			
2	Флегмовое число			
3	Количество теоретических тарелок			

Контрольные вопросы

1. Какой процесс разделения веществ называется ректификацией? Какие при этом используются отличия физических свойств разделяемых веществ?
2. Какие смеси называют азеотропными или нераздельно кипящими?
3. Как устроена ректификационная колонна? Какие устройства используются в ней в качестве элементов для увеличения контактного взаимодействия движущихся в колонне фаз?
4. С чем связано захлебывание ректификационной колонны? Как можно его обнаружить и предотвратить?

5. Как работает ректификационная колонна при равенстве флегмового числа нулю? Как меняется степень очистки и концентрация получаемого этилового спирта?

6. Какие из веществ, содержащиеся в спиртосодержащем сырье относятся к легко- или низкокипящим?

РАБОТА №8

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА РЕКТИФИКАЦИИ МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ СМЕСИ В НАСАДОЧНОЙ КОЛОННЕ

Введение

В промышленности наиболее часто разделяют не бинарные, а многокомпонентные смеси, ректификация которых является более сложным и менее изученным процессом. В отличие от бинарных смесей — систем, обладающих лишь двумя степенями свободы, многокомпонентная смесь представляет собой систему, число степеней свободы которой равно числу компонентов, составляющих эту смесь. Отсюда вытекает сложность анализа и расчета процессов ректификации таких смесей.

Если для бинарной смеси известны общее давление перегонки и мольная доля одного из компонентов в дистилляте, то, согласно правилу фаз, этими условиями однозначно определяются состав дистиллята и температура его конденсации. В случае же разделения многокомпонентной смеси, состоящей из n компонентов и имеющей n степеней свободы, при задании указанных выше двух параметров остаются неизвестными еще $n - 2$ степени свободы. Поэтому содержание остальных компонентов в дистилляте можно найти только подбором, учитывая, что существует ряд смесей различного состава, которые при данном давлении имеют одинаковую температуру кипения.

Вместе с тем при разделении многокомпонентных смесей усложняется и аппаратное оформление процесса ректификации. Многокомпонентную смесь нельзя разделить в одной колонне подобно бинарной смеси. В общем случае число колонн для ректификации многокомпонентной смеси должно

быть на одну меньше, чем число компонентов, на которые разделяется смесь, т. е. для разделения смеси из n компонентов требуется $n - 1$ колонна.

Рассмотрим это на примере разделения смеси, состоящей из трех компонентов А, В и С, не образующих азеотропов (рис.10). По одному варианту (рис. 10, а) в колонне 1 наименее летучий из компонентов (компонент С) отделяют в виде остатка. Другие два компонента (В и А), отводимые в качестве дистиллята, после конденсации поступают в колонну 2, где разделяются на дистиллят (компонент А) и остаток (компонент менее летучий, чем А). Более экономична подача компонентов А + В в колонну 2 в парообразном состоянии; при этом дефлегматоре первой колонны конденсируется только флегма, необходимая для орошения колонны.

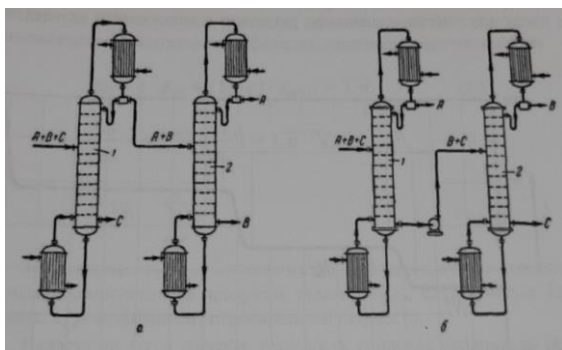


Рис. 10 Схемы установок для ректификации трехкомпонентных смесей: а — компоненты А и В более летучи, чем компонент С; б — компонент А более летуч, чем компоненты В и С.

По другому варианту (рис. 10, б) в колонне 1 отделяют в виде дистиллята наиболее летучий компонент А, а смесь двух других (В + С) подают на разделение в колонну 2. Из этой колонны относительно более летучий компонент В получают в качестве дистиллята, а компонент С является остатком.

Для проведения эксперимента по разделению многокомпонентной смеси подберем вещества с разными температурами кипения, тк.

Таблица 4- Результаты измерений

№ п/п	№1	№2	№3	№4
Вещество	Ацетон	Метиловый спирт	Этиловый спирт	Вода
$t_k, ^\circ\text{C}$	56,2	64,7	78,3	100,0
Кол-во, мл	300	500	700	200+800

На графике, рис. 11, отчётливо видны четыре горизонтальных участка

z ($t_k = \text{const}$) и три переходных участка h между ними. Участки z – это индивидуальные чистые компоненты исходной смеси, а переходные участки h – это промежуточные вещества, состоящие из смеси двух соседних чистых компонентов. По «высоте» и «длине» каждой ступеньки можно легко сделать вывод о качественном и количественном составе исходной смеси.

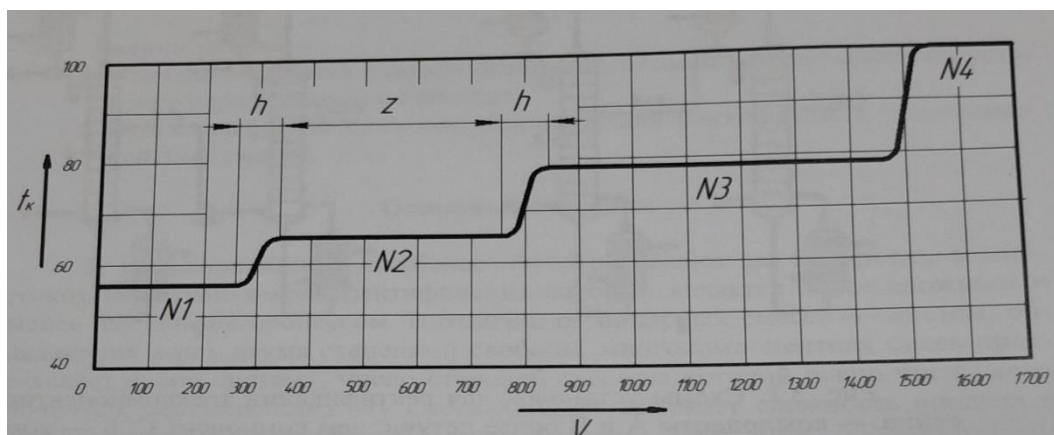


Рис. 11 - График проведения процесса ректификации многокомпонентной смеси

В процессе ректификации необходимо каждые индивидуальные и промежуточные вещества отбирать в отдельные приёмные ёмкости, это позволит получить чистые компоненты отдельно и возможность их идентифицировать.

Запишем систему уравнений материального (молярного) баланса, как для смеси в целом, так и для всех компонентов, за исключением, наименее летучего (высококипящего) n :

$$F = D + W$$

$$FXE,i = Dxpi + W xw.iri = 1, n - 1$$

Где F, D, W - мольные расходы исходной смеси, дистиллята и кубового остатка;

XE,i, Xp,i, Xw,i - составы соответствующих смесей в мольных долях.

$$e = D/F$$

Расчет проводится при допущении идеальности смеси, неизменности коэффициентов относительной летучести компонентов α_{in} по высоте колонны, возможности использования модели теоретической тарелки. Приближенный расчет может производиться для оценок вариантов схем разделения многокомпонентных смесей, то есть, в какой колонне, какие компоненты лучше выделять при четкой ректификации и результаты эти могут использоваться в качестве начальных приближений при точном потарелочном расчете. Вначале для режима полного орошения т. е. при $R \rightarrow \infty$) находятся составы дистиллята и кубового остатка, а также доля отбора дистиллята и минимальное число теоретических тарелок N_{min} , удовлетворяющие исходным данным.

Обычно для решения этой задачи применяют два способа:

$$\begin{aligned} x_{Fi} &= e \cdot x_{Di} + (1 - e) \cdot x_{Wi}, i \\ &= (1, n), \end{aligned} \quad (20)$$

1) Решается система $2n$ уравнений материального баланса (20), Фенске - Андервуда (20) и условия равенства единице суммы мольных долей всех компонентов в продуктах ректификации, например, в дистилляте (21):

$$\begin{aligned} \frac{x_{Di}}{x_{Dn}} &= \alpha_{i,n}^N \min \frac{x_{Wi}}{x_{Wn}}, i = \overline{1, n-1}, \\ \sum_{s=1}^{s=J} x_{Ds} &= J \end{aligned} \quad (21)$$

Неизвестные: X_{Di}, X_{Wi} их количество $2n-2$ (два значения концентрации

ключевых компонентов в продуктах заданы); N_{\min} ; e . Получается $2n$ неизвестных. a_{in} - коэффициент относительной летучести.

Недостатки этого способа: сложность и плохая сходимость решения, несмотря на известные ограничения искомых переменных $0 < x_{Di} \leq x_{Wi}$; $e < 1$; целое число. Поэтому при большом количестве компонентов применяют другой более простой, но менее точный способ определения вышеуказанных величин.

2) Выделяются тяжелый, Т (высококипящий) и легкий, Л (низкокипящий) ключевые компоненты, при этом делается допущение о том, что компоненты с летучестью меньше чем у тяжелого ключевого отсутствуют в дистилляте, а компоненты более летучие чем легкий ключевой отсутствуют в кубовом остатке.

В соответствии с этим допущением записываются уравнения материального баланса для всех компонентов и дополняются уравнением суммы мольных долей компонентов дистиллята или кубового остатка равной 1:

$$\begin{aligned} x_{Fi} &= e \cdot x_{Di}, i = (1, n-1) \\ x_{F,\pi} &= e \cdot x_{D,\pi} + (1-e) x_{W,\pi} \\ x_{F,T} &= e \cdot x_{D,T} + (1-e) x_{W,T} \\ x_{Fi} &= (1-e) x_{Wi}, i = (n_T) \\ &+ 1, n \end{aligned} \quad (22-25)$$

$$\sum_{i=1}^n x_{Di} = 1 \quad (26)$$

где пл, пт - номера легкого и тяжелого ключевых компонентов.

Ключевые компоненты обычно выбираются таким образом, чтобы концентрация легкого была малой в кубе, а тяжелого малой в дистилляте.

Практически многокомпонентная ректификация сводится к бинарной.

Получается система $n+1$ уравнений с $n+1$ неизвестными $X_{p,i}, 1,; X_{w,i}$.пл. п (за исключением двух заданных концентраций ключевых компонентов, обычно, $X_{Wл}$ и $x_{p,T}$); е.

Решением этой системы уравнений определяются составы дистиллята, кубового остатка и доля отбора дистиллята.

Минимальное число теоретических тарелок находится из уравнения Фенске - Андервуда, округляя до целого числа.

$$N_{\min} = \ln \frac{\frac{x_{D,\pi}}{x_{D,T}} \cdot \frac{x_{W,T}}{x_{W,l}}}{\left(\frac{\alpha_{\ln T,n}}{\alpha_{T,n}} \right)} \ln \quad (27)$$

Недостатком второго способа является отсутствие учета относительной летучести компонентов при определении составов куба и дистиллята, а также допущение о полном отсутствии одних компонентов в дистилляте, а других в кубовом остатке.

Далее для режима минимального орошения находится минимальное флегмовое число из уравнений Андервуда.

$$\sum_{i=1}^n \frac{a_{in} x_{Fi}}{a_{in} - w} = V_F \quad (28)$$

Допустим, как и при расчете бинарных смесей постоянство мольных расходов пара и жидкости по высоте колонны; дефлегматор работает, как полный конденсатор $x_{pi} = v_{pi} = x_{ai}$ кипятыльник, как полный испаритель $V_{wi} = x_{w,i}$. Пусть исходная смесь подается в состоянии насыщенного пара и давление в колонне постоянное ($P = \text{const}$). Исходными данными для расчета является: расход и состав исходной смеси, концентрации ключевого компонента в дистилляте X_{pi} X_{wi} , и кубовом остатке x_i , для приближенного определения

минимального флегмового числа R_{\min} можно воспользоваться методом Андервуда, заключающегося в решении двух уравнений:

$$\sum_{i=1}^n \frac{\alpha_{in} x_{D,i}}{\alpha_{Ln} - \omega} - 1 = R_{\min} \quad (29)$$

где: ω - условная относительная летучесть, определяемая решением уравнения 28.

α_{in} - коэффициент относительной летучести компонента i по отношению к наименее летучему n , определяющийся при температуре кипения исходной смеси;

$$\alpha = \frac{P_{\pi}}{P_T} \quad (30)$$

Коэффициент относительной летучести разделяемых компонентов

где P_T - давление насыщенного пара высококипящего компонента (воды), P_{π} - давление насыщенного пара низкокипящего при определенной температуре. $P_T < P_{\pi}$, т.е. коэффициент относительной летучести всегда больше единицы в технологически допустимом диапазоне.

- доля питания, поступающего в парообразном состоянии, если исходная смесь поступает в колонну в жидком состоянии при температуре насыщения, то $V = 0$.

Затем определяется рабочее флегмовое число близкое к оптимальному

$$R = 1,3 R_{\min} + 0,3 \quad (31)$$

Находится число теоретических тарелок, соответствующих рабочему флегмовому числу

$$N = \text{round} (1,7 N_{\min} + 0,7) \quad (32)$$

где round - процедура округления до целого числа.

Цель работы

Повышение уровня знаний в вопросе устройства и работы ректификационной установки, а также процессов, происходящих при многокомпонентной ректификации.

Задачи работы

1. Изучение процесса ректификации этилового спирта на установке периодического действия.
2. Ознакомление с конструкцией насадочной ректификационной колонны.
3. Изучение принципов управления ректификационной установкой.
4. Приобретение навыков вывода установки на рабочий режим.
5. Изучение процессов, протекающих при многокомпонентной ректификации.
6. Определение флегмового числа.
7. Определение числа теоретических тарелок.

Описание экспериментальной установки

Смотри лабораторную работу № 2.

Методика выполнения работы

Ознакомиться со схемой лабораторной установки и расположением приборов. Составить ее описание и заготовить таблицы для регистрации результатов испытаний.

2. Проверить правильность сборки и герметичность системы патрубков.
3. Подключить стенд к сети 220 В и включить питание сети двухполюсным выключателем.
4. Залить в испарительную емкость (КИ) примерно 3л (но не более чем на 3/4 емкости) исходной жидкости - многокомпонентную смесь, смешав примерно: 1000мл - воды, 700мл – этилового спирта, 500мл – метилового спирта и 300мл - ацетона.

5. Подключить автоматизированный стенд к USB разъему компьютера и запустить программу Пуск - Программы - MeasLAB - «Ректификация». Для более подробного знакомства работы с программным обеспечением, откройте описание «Руководство по работе с программным обеспечением».
6. Запустить в работу компьютерную систему автоматического измерения параметров процесса и по показаниям приборов проследить изменение температуры жидкости и парогазовой среды.
7. Полностью открыть регулятором отбора дистиллята (КРИ).
8. Включит ВК2 для подачи воды в дефлегматор и охладитель.
9. Включить вентилятор воздушного теплообменника кнопкой ВК3.
10. Установить мерную приемную емкость (ПЕ) для сбора дистиллята.
11. Включить переключателем ВК1 электрический нагреватель (НЭ) и выставить максимальную мощность нагрева (1000). **Оставлять установку без контроля на это время запрещается, так как при максимальной мощности конденсатор (дефлегматор) может не справиться с нагрузкой по образующемуся пару, и колонна может «захлебнуться».**
12. По достижении температуры кипения самого низкокипящего компонента (аcetона) уменьшить мощность нагрева (примерно мощность надо выставить 600). Результаты занести в табл. 5.
13. Регулируя мощность нагрева и расход дистиллята через КРИ добиться покапельного течения дистиллята через СУС, примерно $20 \div 30$ капель за 20 с, что соответствует флегмовому числу равному 4. При этом важно не допустить захлебывания колонны, начало которого можно определить по возникновению характерных пульсаций на записи перепада давления в кубовой части и появлению звуков «булькающего» шума при работе установки.
14. Произвести отбор дистиллята компонента №1 в приемную емкость в интервале температур $t_k = 56,2 \pm (1,0 \div 1,5) ^\circ\text{C}$, регулируя мощность нагрева. Идентифицировать по измеренным параметрам, температуре паров и показаниям дифференциального манометра процесс ректификации компонента №1. Результаты занести в таблицу.
15. Провести отбор компонентов N°2 и 3.
16. После окончания работы выключить нагреватель испарительной ёмкости (кнопка ВК1). После того, как колона остынет, выключить ВК2 и ВК3. Выключить систему измерения.
17. Отключить установку от электрической сети автоматическим выключателем «Сеть 220В».

18. После слива кубового остатка и очистки испарительной ёмкости, привести установку в исходное состояние.

19. Произвести обработку полученных данных и занести результаты в соответствующую таблицу.

20. Ответить на контрольные вопросы и сделать самостоятельные выводы по выполненной работе.

Медленно меняющиеся параметры процесса:

Расход воды, охлаждающей охладитель и дефлегматор ----- л/с

Температура воды, поступающей в охладитель ----- °C

Температура воды, на выходе охладителя ----- °C

Температура воды, поступающей в дефлегматор ----- °C

Температура воды на выходе из дефлегматора ----- °C

Таблица 5 - Результаты измерений и вычислений

№ п/п	Наименование параметров	Текущее значение контролируемых параметров				Среднее значение
1. Нагрев исходного сырья до температуры кипения						
1.1	Время нагрева до начала кипения жидкости, мин	0	10	20		
1.2	Температура пара в кубовой части, °С					
1.3	Давление парогазовой смеси на входе в колонну, кПа					
1.4	Температура пара и флегмы на входе в дефлегматор, кПа					
2. Начальный период ректификации. Отбор ацетона						
2.1	Время испарения ацетона, мин					
2.2	Температура пара в кубовой части, °С					
2.3	Температура пара и флегмы в колонне, °С					
2.4	Давление парогазовой смеси на входе в колонну, кПа					
2.5	Разность давлений столба					

	дистиллята в гидростатическом плотномере, кПа					
2.6	Количество полученного дистиллята, мл					
3. Отбор метилового спирта						
3.1	Время испарения метилового спирта, мин					
3.2	Температура пара в кубовой части, °С					
3.3	Температура пара и флегмы в колонне, °С					
3.4	Давление парогазовой смеси на входе в колонну, кПа					
3.5	Разность давлений столба дистиллята в гидростатическом плотномере, кПа					
3.6	Количество полученного дистиллята, мл					
4. Отбор этилового спирта						
4.1	Время испарения этилового спирта, мин					
4.2	Температура пара в кубовой части, °С					
4.3	Температура пара и флегмы в колонне, °С					
4.4	Давление парогазовой смеси на входе в колонну, кПа					
4.5	Разность давлений столба дистиллята в гидростатическом плотномере, кПа					
4.6	Концентрация кубового остатка, %					

4.7	Температура кубового остатка, °C					
4.8	Количество полученного дистиллята, мл					

Обработка экспериментальных данных и составление отчета

Определить коэффициент относительной летучести ацетона, как наиболее летучего компонента

$$\alpha_{\pi} = \alpha_a = \alpha_1 = \frac{P_a}{P_s}, \quad (33)$$

где, P_a - давление насыщенных паров ацетона и P_v - давление насыщенных паров воды, определяются по номограмме, приложение 4.

Коэффициент относительной летучести воды (трудно) высококипящего компонента $a = a_4 = 1$

$$x_{D1} = x_{W1} + \frac{F}{D}(x_{F1} - x_{W1}) \quad (34)$$

По формуле вычислить концентрацию ацетона в дистилляте.

По формуле определить минимальное число теоретических тарелок и число теоретических тарелок.

По экспериментальным данным построить график.

Контрольные вопросы

1. Какой процесс разделения веществ называется ректификацией? Какие при этом используются отличия физических свойствах разделяемых веществ?
2. Как устроена ректификационная колонна? Какие устройства используются в ней в качестве элементов для увеличения контактного взаимодействия движущихся в колонне фаз?

3. Чем определяется последовательность отгонки многокомпонентной смеси?
4. Как проводится ректификация многокомпонентных смесей в промышленных установках?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Богданов Ю.П., Зотов В. Н., Колосков С.П. и др. Справочник по производству спирта. Оборудование, средства механизации и автоматизации. - М: Легкая и пищевая промышленность, 1983, 343 с.
2. Девярых Г.Г., Еллиев Ю.Е. Введение в теорию глубокой очистки веществ. — М. Наука, 1981. - 320с.
3. Багатуров С. А., Основы теории и расчета перегонки и ректификации. - М.: Химия, 1974. - 433 с.
4. Павлов К. Ф, Романков П. Г., Носков А. А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. Ленинград: Химия, 1987. - 575 с.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6. Изучение процесса простой перегонки при атмосферном давлении

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7. Изучение устройства насадочной ректификационной колонны и процесса ректификации технического этилового спирта

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №8. Изучение процесса ректификации многокомпонентной смеси в насадочной колонне

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ