МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ИФВТ
_____ А.Н. Яковлев
«18» 02 2016г.

ИСПЫТАНИЕ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ДЕЙСТВИЯ

Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Процессы и аппараты химической технологии»

Составители: Л.К. Майкова, Т.И. Дмитриева

Томск 2016

УДК 66.045.2
Испытание ректификационной колонны периодического действия. Методические указания к выполнению лабораторной работы по курсу «Процессы и аппараты химической технологии»/Сост. Л.К. Майкова, Т.И. Дмитриева. –Томск: Изд. ТПУ, 2016 – 18 с.

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры общей химии и химической технологии «1» 02 2016 г.

Зав. кафедрой ОХХТ,
к.т.н., доцент _____ ***В.В. Тихонов***

Рецензент
Доктор технических наук
профессор кафедры ОХТ
Коробочкин В.В.

© Составление. ФГБОУ ВПО НИ ТПУ, 2016

© Майкова Л.К., Дмитриева Т.И.

1. ВВЕДЕНИЕ

Ректификацией называется процесс разделения гомогенных смесей летучих жидкостей путем двустороннего массо- и теплообмена между неравновесными жидкой и паровой фазами, имеющими различную температуру и движущимися противотоком относительно друг друга.

В химической промышленности ректификацию все шире применяют для выделения компонентов в чистом виде в производствах органического синтеза, полимеров, изотопов и различных других веществ высокой чистоты.

Разделение смесей на компоненты осуществляется в аппаратах колонного типа при многократном или непрерывном контакте фаз в режимах многократного кипения, испарения и конденсации.

При каждом контакте фаз из жидкой фазы испаряется преимущественно низкокипящий (легколетучий) компонент, которым и обогащается паровая фаза, а из паровой фазы конденсируется высококипящий компонент, который переходит в жидкую фазу.

В результате обмена между фазами получаются в конечном итоге пары, состоящие почти из чистого низкокипящего компонента. Эти пары, выходящие из колонны и конденсирующиеся в отдельном аппарате, представляют собой дистиллят или ректификат (продукт верхней части колонны) и флегму - жидкость, возвращаемую в колонну для орошения и взаимодействия с поднимающимися по колонне парами. Снизу колонны удаляется жидкость (кубовый остаток), представляющая собой почти чистый высококипящий компонент - продукт нижней части колонны. Часть кубового остатка испаряется в нижней части колонны, за счет чего и получается восходящий поток пара.

Движущей силой процесса ректификации является разность равновесных и рабочих концентраций компонентов на каждой тарелке. Кипение и испарение жидкой фазы

на каждой тарелке осуществляется за счет многократного процесса конденсации паров высококипящего компонента, в результате которого выделяется скрытая теплота конденсации насыщенного пара при постоянном давлении и температуре.

2. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Целью работы является теоретическое и практическое ознакомление с принципом ректификации и методикой испытания ректификационной колонны периодического действия.

В задачу работы входит: определение состава исходной смеси, дистиллята, кубового остатка, флегмового числа, теоретического числа тарелок, к.п.д. колонны, составление материального баланса.

2.1. Схема лабораторной установки

1. Колонна ректификационная комбинированного типа.
2. Мерник исходной смеси и кубового остатка.
3. Мерник дистиллята.
4. Флегмоотделитель.
5. Дефлегматор.
6. Конденсатор - холодильник.
7. Холодильник Либиха.
8. Ротаметр.
9. Емкость для измерения плотности исходной смеси и кубового остатка.
10. Пробка уплотнительная.
11. Кран трехходовой.
12. Вентиль ротаметра РС-3А.
13. Тепловая изоляция.
14, 15, 16. Краны.
17. Денсиметры.
18. Термометр (термопара).
19. Вентиль сетевой.
20. Сливная воронка.

21. Трубчатый электронагреватель (ТЭН).
22. Куб колонны.
23. Колпачок.
24. Стакан гидравлического затвора.
25. Перегородка переливная.
26. Насадка из колец Рашига.
27. Трубка сливная.
28. Тарелка верхняя.
29. Гидравлический затвор.
30. Тарелка ситчатая.
31. Регулятор напряжения.
32. Тумблер «Сеть».
33. Вилка-перемычка.
34. Сигнальная лампа.

Кроме того, на пульте установки выведены приборы контроля параметров процесса – амперметр, вольтметр, тумблер включения электрической сети с сигнальной лампой, ручка регулятора напряжения и вентиль подачи хладоагента (водопроводной холодной воды) в холодильник, конденсатор – холодильник и дефлегматор.

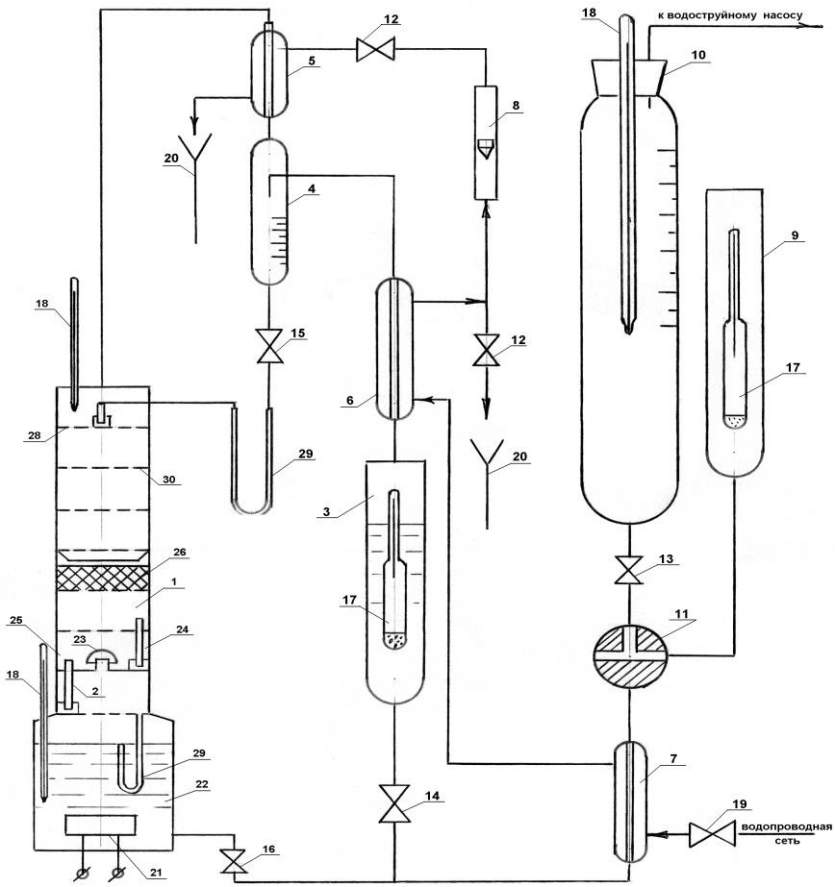

Рис.1. Схема лабораторной установки

2.2. Техническая характеристика колонны.

1. Давление в колонне – атмосферное.
2. Внутренний диаметр царги из термостойкого стекла - 58 мм.
3. Расстояние между тарелками (высота царги) – 42 мм.
4. Диаметр отверстий в тарелках ситчатого типа – 2 мм.
5. Живое сечение тарелки ситчатой – 6 %.

6. Объем куба – 2 л.
7. Число тарелок – 7.
8. Мощность ТЭНа – 0,75 кВт.
9. f – удельная поверхность насадки – 2180 м^2/м^3.
10. V_c – свободный объем насадки – 0,16 м^3/м^3.

3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Ознакомившись со схемой установки, и получив разрешение у преподавателя, студенты приступают к выполнению работы:

1. Определяют количество исходной смеси в мернике (2).
2. Для измерения плотности исходной смеси 3^x-ходовой кран (11) устанавливается в положение - сообщающиеся сосуды (2) - (9).
3. При выравнивании уровней смеси в сосудах (2) - (9), фиксируется температура и определяется с помощью денсиметра (17) плотность смеси. Зависимость плотности смеси от содержания в ней легколетучего компонента представлена в табл. 1.
4. Заливают исходную смесь в куб колонны (22) из мерника (2) и мерника (9), для чего переводят 3^x-ходовой кран (11) в положение – куб колонны и открывают кран (16).
5. После истечения смеси из мерников (2) и (9) устанавливают краны (11), (14) и кран (16) в положение – «закрыто».
6. Подают воду с помощью вентиля «охлаждение» (19) через холодильник (7), конденсатор-холодильник (6) и дефлегматор (5).
7. Расход охлаждающей воды, проходящей через дефлегматор (5), устанавливают с помощью вентиля

ротаметра РС-3А (12).

8. Замыкают вилкой - перемычкой и тумблером «сеть» электрическую цепь подачи тока на нагреватель куба колонны, при этом загорается сигнальная лампа (34).
9. Устанавливают регулятором напряжения заданное напряжение (до 220 В).
10. Фиксируют в таблице наблюдений 2 время начала эксперимента и время нагрева раствора от начальной температуры до начала кипения смеси в кубе колонны по термопаре (термометру) (18). После достижения температуры 78°С над тарелкой (28) (верх колонны) напряжение следует снизить до 150 В.
11. Для определения флегмового числа необходимо: краник (15) перевести в положение «закрыто». При достижении дистиллятом низшей отметки в флегмоотделителе (4) включают секундомер, фиксируют время заполнения дистиллятом объема флегмоотделителя до верхней отметки (данные заносят в таблицу наблюдений 2) после чего необходимо: краном (15) отрегулировать сток флегмы в колонну таким образом, чтобы гидрозатвор флегмоотделителя был постоянно заполнен флегмой.
12. Опыт повторяют дважды, согласно п. 11. Опыт заканчивают, когда количество дистиллята в мернике (3) достигнет метки (50 мл) после чего определяют его плотность с помощью денсиметра (17).
13. Результаты опытных данных записывают в таблицу 1.
14. Размыкают тумблером «сеть» (32) электрическую цепь подачи тока на нагреватель (21).
15. Выводят при помощи ручки регулятора напряжение на отметку «0».
16. Извлекают «вилку-перемычку» из розетки электро-

сети.

17. Для измерения плотности смеси кубового остатка устанавливают:
    а) краны (16), (11) в положение «открыто»;
    б) открывают вентиль подачи воды на водоструйный вакуумный насос;
    в) отбирают в мерник (9) необходимое количество кубового остатка для определения его плотности с помощью денсиметра (17);
    г) кран (11) устанавливают в положение «закрыто»;
    д) фиксируют температуру смеси в мернике (2);
    е) определяют плотность кубового остатка;
    ж) данные заносят в табл. 1.
18. После измерения плотности раствора в мернике (9) необходимо:
    а) кран (11) перевести в положение «открыто»;
    б) собирают весь дистиллят и весь кубовый остаток в мерники (2) и (9).
19. Кран (11) устанавливают в положение «закрыто».
20. Закрывают вентиль подачи воды на водоструйный вакуумный насос.
21. Прекращают подачу воды в холодильник (7), флегмоотделитель (4), конденсатор-холодильник (6) с помощью вентиля «охлаждение».
22. По окончании работы сообщают преподавателю результаты наблюдений.

Результаты опытных данных

Таблица 1

Темпера-тура, °С		исходной смеси	$t_{исх.}$		
		кипение смеси на верхней тарелке	$t_в$		
		дистиллята	$t_д$		
Плот-ность, г/см^3		исходной смеси	ρ_f		
		дистиллята	$\rho_д$		
		кубового остатка	ρ_w		
Объем, см^3		исходной смеси	V_f		
		флегмы	$V_ф$		
		дистиллята	V_p		
		кубового остатка	V_w		
Состав смеси	%, масс.	исходной смеси	n		
		кубового остатка	K		
		дистиллята	m		
	масс. доли	исходной смеси	x_f''		
		кубового остатка	x_w''		
		дистиллята	x_p''		
	моль, доли	исходной смеси	x_f		
		кубового остатка	x_w		
		дистиллята	$x_д$		
Время, сек		ректификации	τ_p		
		отбора флегмы	$\tau_ф$		
		флегмовое число	R		
		напряжение,, В	U		
		сила тока, А	I		

4. Обработка опытных данных и составление отчета по работе

4.1. Определение флегмового числа:

$$R = \frac{V_\phi}{\tau_\phi} : \frac{V_p}{\tau_p} \qquad (4.1)$$

4.2. Определение состава кубового остатка

Состав и массу кубового остатка определяют из уравнений материального баланса процесса ректификации.

Баланс по материальным потокам:

$$G_f = G_w + G_p \qquad (4.2)$$

где: G_f, G_w, G_p - соответственно количество исходной смеси, кубового остатка и дистиллята, кг.

$$G_f = V_f \cdot \rho_f \qquad (4.3)$$

$$G_p = V_p \cdot \rho_p \qquad (4.4)$$

uде: V_f, V_p - соответственно объем исходной смеси и дистиллята, м^3 (см.таб.1);

ρ_f, ρ_p - плотность исходной смеси и дистиллята кг/м^3 (см.табл. 1)

Уравнение 4.2 решают относительно G_w.

Баланс по низкокипящему компоненту:

$$G_f \cdot x_f^{"} = G_w \cdot x_w^{"} + G_p \cdot x_p^{"} \qquad (4.5)$$

где: $x_f^{"}, x_w^{"}, x_p^{"}$ - соответственно количество НК в исходной смеси, кубовом остатке и дистилляте, масс.доли.

$$x_f = n/100 \qquad (4.6)$$

$$x_p^{"} = m/100 \qquad (4.7)$$

$$x_w^{"} = k/100 \qquad (4.8)$$

где: *n, m, k* – соответственно количество НК в исходной

смеси, дистилляте и кубовом остатке, % масс.

Уравнение 4.5 решаем относительно x_w, а затем, используя уравнение 4.8 определяем *k*.

Данные расчета заносим в таблицу 1.

4.3. Построение рабочей линии процесса ректификации.

Для удобства дальнейших вычислений и построений производится пересчет весовых процентов в молярные доли. Обозначим:

n, b - % спирта и воды в исходной смеси;

m, S - % спирта и воды в дистилляте;

k, h - % спирта и воды в кубовом остатке;

x_f, x_p, x_w - соответственно состав исходной смеси, дистиллята, кубового остатка в молярных долях легколетучего компонента;

$M_c, M_в$ - молекулярный вес спирта и воды, кг. Тогда

$$x_p = \frac{m/M_c}{\frac{m}{M_c} + \frac{S}{M_в}}; \qquad x_w = \frac{k/M_c}{\frac{k}{M_c} + \frac{h}{M_в}}; \qquad x_f = \frac{n/M_c}{\frac{n}{M_c} + \frac{b}{M_в}}$$

Для определения теоретического числа тарелок строят кривую равновесия, см. рис. 2, по данным табл.4 наносят на этот рисунок рабочую линию процесса ректификации по точкам «а» и «с». Точка «с» находится с помощью отрезка В. Уравнение рабочей линии имеет вид:

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_p}{R+1},$$

где

$$B = \frac{x_p}{R+1}$$

Точка (а) лежит на пересечении $x = x_p$ с диагональю $y = x$ $(x_p = y_p)$

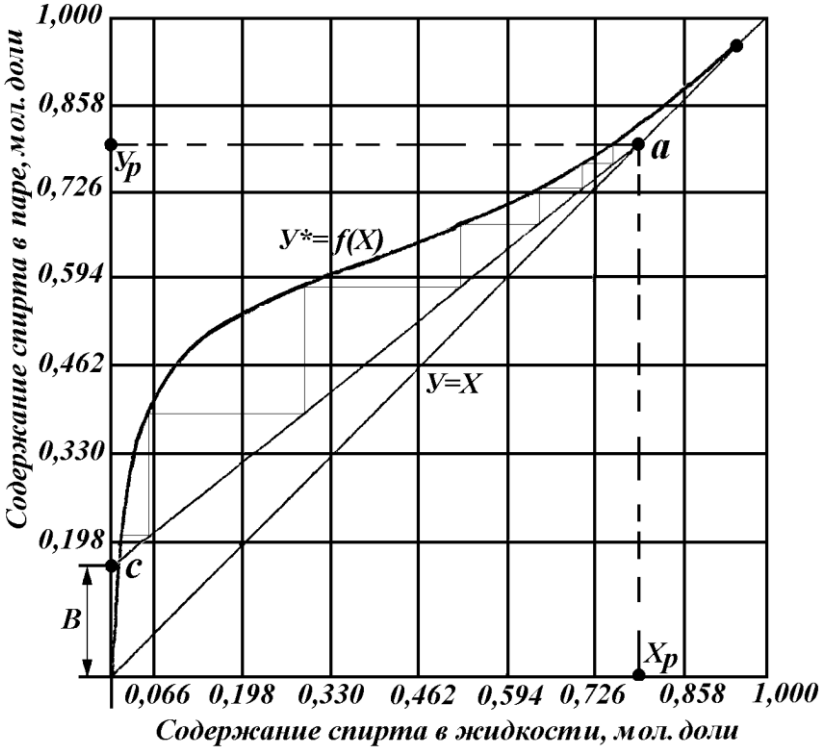

Рис. 2. Определение числа ступеней изменения концентрации в случае криволинейной равновесной зависимости.

Примечание: линию $y^* = f(x)$ строят по данным таблицы 4.

4.4. Определение числа теоретических тарелок.

Теоретическое число тарелок определяется на рис.2 по числу «ступенек», которые строятся между рабочей линией и линией равновесия, начиная с точки «а» ($x_p = y_p$) до пересечения с вертикалью - x_w.

4.5. Определение к.п.д. тарелки

$$\eta = \frac{\eta_{теорет.}}{\eta_{практ.}} \cdot 100\%$$

$$\eta_{практ.} = 7$$

Оформление отчета

Отчет по испытанию ректификационной колонны должен содержать:

а) цель работы;

б) схему установки и ее описание;

в) описание проведения опыта;

г) таблицу записей показаний приборов, анализов проб;

д) выводы по проделанной работе.

Приложение

Зависимость плотности смеси от содержания в ней легколетучего компонента

Таблица 2

Спирт, вес %	Плотность смеси, ρ^{20}, г/см^3	Спирт, вес %	Плотность смеси, ρ^{20}, г/см^3	Спирт, вес %	Плотность смеси, ρ^{20}, г/см^3
0	1,00000				
1	0,99813	35	0,94662	69	0,87158
2	0,9962	36	0,94473	70	0,86920
3	0,99451	37	0,94281	71	0,86680
4	0,99279	38	0,94086	72	0,86440
5	0,99113	39	0,93886	73	0,86200
6	0,98955	40	0,93684	74	0,85958
7	0,98802	41	0,93479	75	0,85716
8	0,98653	42	0,93272	76	0,85473
9	0,98505	43	0,93062	77	0,85230
10	0,98361	44	0,92849	78	0,84985
11	0,98221	45	0,92636	79	0,84740
12	0,98084	46	0,92421	80	0,84494
13	0,97948	47	0,92204	81	0,84245
14	0,97816	48	0,91986	82	0,83997
15	0,97687	49	0,91766	83	0,83747
16	0,97560	50	0,91546	84	0,83496
17	0,97431	51	0,91322	85	0, 83242
18	0,97301	52	0,91097	86	0,82967
19	0,97169	53	0,90872	87	0,82729
20	0,97063	54	0,90645	88	0,82469
21	0,96901	55	0,90418	89	0,82207
22	0,96763	56	0,90191	90	0,81942
23	0,96624	57	0,89962	91	0,81674

24	0,96483	58	0,89733	92	0,81401
25	0,96339	59	0,89502	93	0,81127
26	0,96190	60	0,89271	94	0,80848
27	0,96037	61	0,89040	95	0,80567
28	0,95680	62	0,88007	96	0,80280
29	0,95717	63	0,88574	97	0,79988
30	0,95551	64	0,83339	98	0,79668
31	0,95381	65	0,87104	99	0,79383
32	0,95207	66	0,87869	100	0,79074
33	0,95028	67	0,87632		
34	0,94847	68	0,87396		

Температурная поправка на плотность

$$\rho^{20^0} = \rho^t + \chi \cdot (t - 20)$$

Таблица 3

ρ^t	Температурная поправка на 1°С, χ	ρ^t	Температурная поправка на 1°С, χ
0,700 – 0,710	0,000897	0,830 - 0,840	0,000723
0,710 – 0,720	0,000884	0,840 - 0,850	0,000712
0.720 – 0,730	0,000670	0,850 - 0,860	0,000699
0,730 – 0,740	0,000857	0,860 - 0,870	0,000686
0,740 – 0,750	0,000844	0,870 - 0,880	0,000673
0,750 – 0,760	0,000831	0,880 - 0,890	0,000660
0,760 – 0,770	0,000818	0,890 - 0,900	0,000647
0,770 – 0,780	0,000805	0,900 - 0,910	0,000633
0,780 – 0,790	0,000792	0,910 - 0,920	0,000620
0,790 – 0,800	0,000778	0,920 - 0,930	0,000607
0,800 – 0,810	0,000765	0,930 - 0,940	0,000594
0,810 – 0,820	0,000752	0,940 - 0,950	0,000581
0,820 – 0,830			

Мольные доли легколетучих компонентов в жидкости и паре, находящиеся в равновесии

Таблица 4

Мольная доля спирта в жидкости, x	Мольная доля спирта в парах,y
0,008	0,065
0,044	0,359
0,092	0,455
0,143	0,513
0,203	0,544
0,282	0,578
0,372	0,605
0,480	0,646
0,600	0,698
0,774	0,800
0,830	0,840
0,912	0,921

ЛИТЕРАТУРА

1.Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. –М.: Химия, 1973. – 750 с.
2.Павлов К.Ф. и др. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов. –Л.: Химия, 1976. – 552 с.
3.Кафаров В.В. Основы массопередачи. –М.: Высшая школа, 1972. – 494 с.

Учебное издание

ИСПЫТАНИЯ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ДЕЙСТВИЯ

Методические указания к выполнению лабораторной работы по курсу «Процессы и аппараты химической технологии»

Составители

МАЙКОВА Людмила Константиновна
ДМИТРИЕВА Татьяна Ивановна

Подписано к печати . .2016. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».
Печать Xerox. Усл. печ. л. 0,67. Уч.-изд. л. 0,58.
Заказ . Тираж 25 экз.

Национальный исследовательский
Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Издательства Томского политехнического университета сертифицирована NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту BS EN ISO 9001:2008