

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА: "РАСЧЕТ КОЭФФИЦИЕНТА МАССОПЕРЕНОСА И ВЫСОТЫ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ"

## ВВЕДЕНИЕ

В технологических процессах химического преобразования исходных веществ в целевые продукты часто возникает задача отделения их друг от друга. Одним из основных процессов, служащих для разделения веществ, составляющих однородную жидкую фазу, является перегонка (дистилляция или ректификация). В случае, когда жидкая фаза содержит нелетучий компонент, наиболее простой способ получения компонентов раствора в чистом виде представляет собой удаление жидкой фазы путем выпаривания. В том случае, когда однородная жидкость состоит из летучих компонентов, их разделение основано на том, что равновесные составы пара и жидкости отличаются между собой: в паре концентрация легколетучего, низкокипящего компонента больше, чем в жидкости.

### 1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАСЧЕТА РАВНОВЕСНЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ КОМПОНЕНТОВ В ПАРЕ И ЖИДКОСТИ

Рассмотрим идеальные жидкие смеси, которые характеризуются:

- а) неограниченной взаимной растворимостью компонентов;
- б) соотношения компонентов в жидкой и паровой фазах достаточно точно определяются законами Рауля и Дальтона.

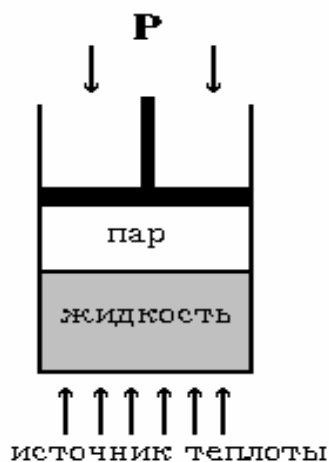


Рис.1 Равновесие жидкость-пар в сосуде с подвижным поршнем и многокомпонентным раствором.

На рис. 1 показан сосуд с нагревателем, в котором на жидкость посредством поршня действует внешнее давление. Для простоты положим внешнее давление  $P$  равным 1 атм. В случае, когда жидкость состоит из одного компонента, например, из бензола, при нагревании сосуда поршень начнет перемещаться при достижении температуры кипения бензола  $T_6=80^{\circ}\text{C}$ , когда давление насыщенных паров бензола станет равным внешнему давлению. При добавлении к бензолу гептана, кипящего при

температуре  $T_r=98^{\circ}\text{C}$ , поршень начнет свое движение при промежуточной температуре  $80^{\circ}\text{C} < T < 98^{\circ}\text{C}$ , значение которой зависит от соотношения обоих компонентов в жидкой фазе (чем больше гептана, тем будет наблюдаться более высокая температура кипения раствора). На основании описанного опыта становится ясным, что в указанном интервале температур газовую фазу составляют пары обоих компонентов.

По закону Рауля в условиях равновесия пар-жидкость парциальное давление пара каждого компонента пропорционально мольной доле этого компонента в жидкости. Коэффициенты пропорциональности при этом равны давлению насыщенных паров компонентов. Тогда суммарное давление в сосуде  $P$ , которое складывается из парциальных давлений бензола  $p_6$  и гептана  $p_7$ , в указанном выше интервале температур равно

$$P = p_6 + p_7 = X_6 \cdot P_6(T) + (1-X_6) \cdot P_7(T), \quad (1)$$

где  $X_6$ ,  $(1-X_6)$  - соответственно, мольные доли бензола и гептана в жидкости,  $P_6(T)$ ,  $P_7(T)$  - соответственно, давления насыщенных паров над чистыми компонентами бензолом и гептаном при данной температуре.

По закону Дальтона в смеси идеальных газов величины парциальных давлений компонентов пропорциональны их мольным долям в паре,  $p_6 = P \cdot Y_6$ , где  $Y_6$  - мольная доля бензола в паре, или

$$P_{\text{атм}} = X_6 \cdot P_6(T) / Y_6. \quad (2)$$

Приравнивая (1) и (2), получим зависимость мольной доли бензола в паре от его содержания в жидкой фазе:

$$Y_6 = \alpha \cdot X_6 / (1 + (\alpha - 1) \cdot X_6), \quad (3)$$

где  $\alpha = P_6(T) / P_7(T)$  - относительная летучесть компонентов смеси, равная отношению давлений насыщенных паров чистых компонентов.

### ЗАДАНИЕ 1.

*На основании законов Рауля и Дальтона и эмпирических зависимостей давлений насыщенных паров компонентов от температуры, построить для внешнего давления, равного 1 атм., зависимость температуры кипения раствора бензол-гептан от равновесных концентраций (мольных долей) бензола в жидкости и в паре, а также диаграмму, определяющую соотношение равновесных концентраций бензола в этих фазах.*

#### Алгоритм построения графиков.

В соответствии с выбранным внешним давлением  $P=1\text{атм}$  (760 мм рт. ст.) находится температурный интервал сосуществования жидкой и паровой фаз,  $80^{\circ}\text{C} < T < 98^{\circ}\text{C}$ , далее по эмпирическим зависимостям давлений насыщенных паров от температуры для бензола и гептана (температура имеет размерность градус Цельсия, давление - мм ртутного столба) [1]:

$$\lg P_6(T) = 8.12506 - 1932.370 / (288.707 + T), \quad (4)$$

$$\lg P_r(T) = 6.98900 - 1316.509 / (222.001 + T), \quad (5)$$

для каждого промежуточного значения температуры определяются  $P_6(T)$  и  $P_r(T)$ , по формуле (1) рассчитывается  $X_6$  и по формуле (3) находится  $Y_6$ . На основании полученных данных на миллиметровке или на компьютере с указанием масштабной сетки строятся графики, аналогичные приведенным на рис.2 и рис.3.

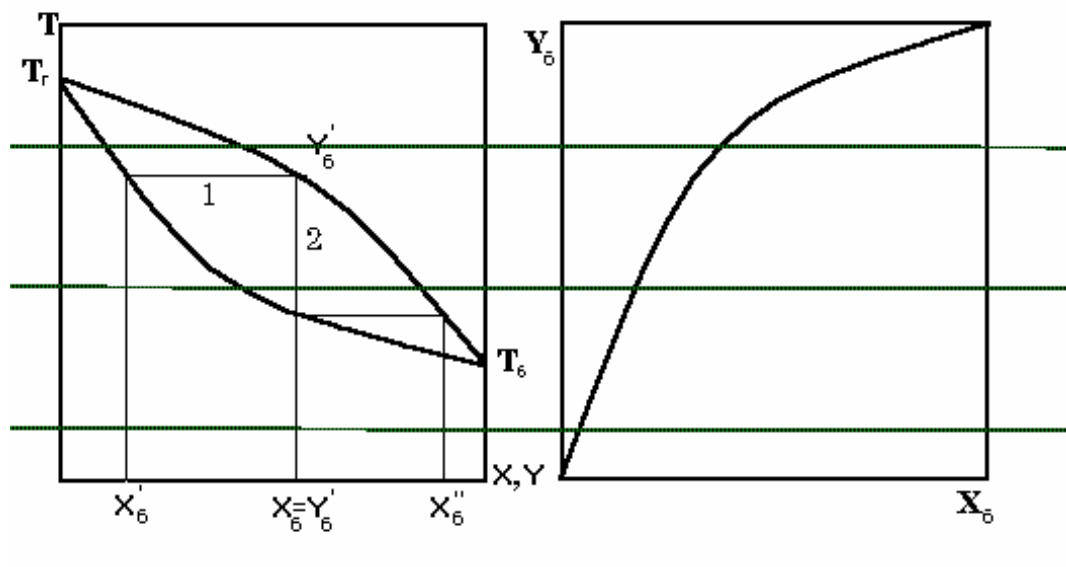


Рис.2

Диаграмма Т-Х-У

Зависимость температуры кипения смеси бензол-гептан от состава равновесных фаз.

Рис.3.

Диаграмма Х-У.

Зависимость мольной доли бензола в паре от его мольной доли в жидкости при межфазном равновесии.

Принципиальная возможность разделения рассматриваемой смеси может быть основана на проведении многократно повторяющихся циклов испарение-конденсация, сопровождаемых ступенчатым изменением концентрации и температуры кипения раствора. На рис. 2 тонкой линией показана идеальная двухступенчатая траектория изменения концентрации бензола в жидкой фазе от  $X_6'$  до  $X_6''$ : по горизонтальной линии 1 происходит испарение раствора, сопровождающееся образованием пара с равновесной концентрацией  $Y_6'$ , по вертикальной линии 2 происходит полная конденсация образовавшегося пара в жидкость с концентрацией бензола  $X_6 = Y_6'$  и т.д.

Техническое осуществление подобного процесса будет обладать существенными недостатками: 1) выход чистого компонента значительно уступает его количеству в исходной смеси; 2) аппаратное оформление процесса приведет к необходимости использования громоздкой аппаратуры с большими потерями тепла в окружающую среду.

Процесс разделения компонентов существенно интенсифицируют путем создания непрерывного контакта неравновесных пара и жидкости в ректификационных колоннах.

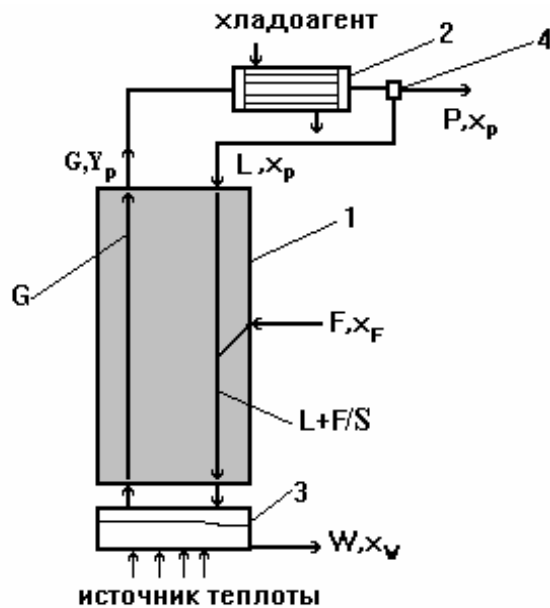


Рис.4. Принципиальная схема ректификационной установки

На рис. 4 показана принципиальная схема ректификационной установки. Противоток неравновесных по своему составу жидкой и газообразной фаз создается путем конденсации в дефлегматоре-холодильнике 2 и возврата в массообменную зону колонны 1 регулятором потоков 4 части жидкости (флегмы), обогащенной низкокипящим (легколетучим) компонентом. Стекающая вниз жидкость контактирует с поднимающимся вверх, неравновесным ей по составу паром, который образуется в испарителе (кубе) 3 из раствора, обогащенного высококипящим компонентом. В результате межфазного контакта в пар переходит низкокипящий, а в жидкость высококипящий компонент. Точка ввода исходной смеси в колонну выбирается таким образом, чтобы концентрации исходной смеси и жидкой фазы в данной точке массообменного пространства совпадали.

Обычно задача расчета ректификационной колонны, разделяющей бинарную жидкую смесь, ставится следующим образом: для поступающего в колонну с заданной величиной поперечного сечения  $S$  [м<sup>2</sup>] питающего потока  $F$  [моль/с] смеси с концентрацией низкокипящего компонента (НК)  $X_F$  [мольная доля] определить высоту ректификационной колонны, обеспечивающую производительность по дистилляту  $P$  [моль/с] с концентрацией НК  $X_P$  [мольная доля]. Поток кубового остатка  $W$  [моль/с] и концентрация  $X_W$  [мольная доля] однозначно определяются уравнениями материального баланса по всему веществу и по одному из компонентов:

$$F = W + P, \quad (6)$$

$$F \cdot X_F = P \cdot X_P + W \cdot X_W. \quad (7)$$

Для решения подобной задачи необходимо рассчитать скорость массопереноса, которая определяется фазовым равновесием и коэффициентом массопереноса, зависящем от конструктивных особенностей ректификационной колонны.

Коэффициент массопереноса определяется путем обработки экспериментальных данных, полученных на пилотных ректификационных установках.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА МАССОПЕРЕНОСА В РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЕ, РАБОТАЮЩЕЙ В БЕЗОТБОРНОМ РЕЖИМЕ.

Определять коэффициент массопереноса колонны имеет смысл в таком режиме, при котором отсутствует расход питающей смеси или  $F=0$ . В соответствии с уравнениями материального баланса ректификационной колонны (6) и (7) выполнение этого условия приведет к равенству нулю потоков дистиллята  $P=0$  и кубового остатка  $W=0$ . Такой режим работы колонны называется безотборным.

В практических расчетах часто принимают, что в процессе перехода молекул компонентов из одной фазы в другую общее число молей в каждой из фаз не меняется, т.е. в паре и жидкости происходит эквимольный обмен между низкокипящим (бензолом) и высококипящим (гептаном) компонентами. Вследствие этого допущения мольные потоки пара и жидкости вдоль продольной координаты аппарата, исключая точку ввода исходной смеси в ректификационную колонну, считаются неизменными. Близкое к эквимольному обмену поведение наблюдается, когда мольные теплоты испарения (конденсации) разделяемых компонентов незначительно отличаются друг от друга.

В условиях эквимольного обмена компонентами, полной конденсации пара в холодильнике-дефлегматоре 2 и возврате его назад в колонну без отбора дистиллята (безотборный режим работы ректификационной колонны ( $F=P=W=0$ )) выполняются равенства:

$$G \cdot S = L \cdot S = \text{const}, \quad (8)$$

$$Y_P = X_P, \quad (9)$$

где  $G$  и  $L$  [моль/м<sup>2</sup>·с] - мольные потоки, соответственно, пара и жидкости через единицу поперечного сечения колонны,  $S$  [м<sup>2</sup>]- площадь поперечного сечения колонны (величина постоянная),  $Y_P$  [мольная доля] - мольная доля НК в паре на выходе из колонны.

Согласно закону сохранения массы уменьшение количества НК в жидкой фазе равно увеличению его в газе:

$$G \cdot (Y_P - Y) = L \cdot (X_P - X), \quad (10)$$

где  $Y$ ,  $X$  - соответственно, текущие мольные доли НК в паре и жидкости вдоль продольной координаты колонны.

В безотборном режиме, учитывая (8) и (9), уравнение (10) дает равенство текущих концентраций НК в жидкости и паре в любом поперечном сечении аппарата и в кубе колонны.

$$Y = X, \quad (11)$$

$$Y_W = X_W \quad (12)$$

Графическое изображение зависимости концентрации в паре НК  $Y$  от его концентрации в жидкости  $X$  вдоль оси перпендикулярной направлению массопереноса называется **рабочей линией** процесса массопередачи. В рассматриваемых условиях

проведения процесса ректификации она имеет вид отрезка диагонали на диаграмме X-Y с координатами  $X_w, Y_w$  и  $X_p, Y_p$  (рис.5).

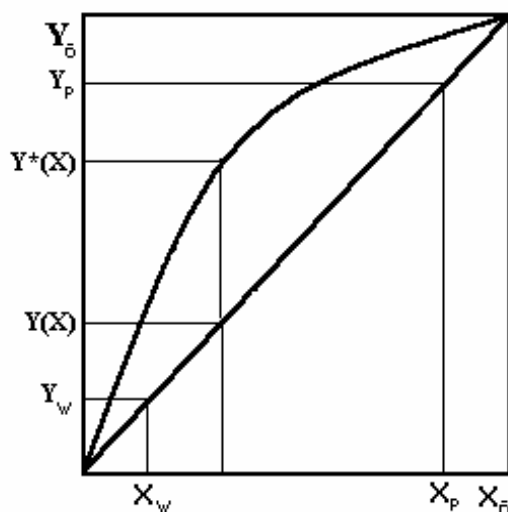


Рис.5. Рабочая линия ректификационной колонны, работающей в безотборном режиме.

Экспериментально было установлено, что скорость приближения к состоянию равновесия в большинстве случаев прямо пропорционально отклонению от него. Тогда для рассматриваемой системы скорость массообмена между бензолом в жидкости и паре  $W_F$  [моль/м<sup>2</sup>·с] (количество бензола, перешедшего из раствора в пар в единицу времени через единицу поверхности раздела фаз), выраженная через концентрации в газовой фазе равна

$$W_F = -K_F \cdot (C - C^*) = -K_F \cdot C_0 \cdot (Y - Y^*) \quad (13)$$

где  $K_F$  [м/с] - коэффициент массопереноса;  $C, C^*$  [моль/м<sup>3</sup>] - текущая и равновесная концентрации бензола в газовой фазе;  $Y, Y^*$  - текущая и равновесная мольные доли бензола в газовой фазе;  $C_0$  [моль/м<sup>3</sup>] - молярная плотность пара - величина постоянная в условиях изотермического эквимолярного обмена веществом.

Аналогичное выражение для скорости массопереноса в единице объема  $W_V$  [моль/м<sup>3</sup>·с] массообменного аппарата имеет вид:

$$W_V = -K_F \cdot A \cdot C_0 \cdot (Y - Y^*) = -K_Y \cdot (Y - Y^*), \quad (14)$$

где  $A$  [м<sup>2</sup>/м<sup>3</sup>] =  $F/V$  - величина, характеризующая содержание поверхности контакта фаз  $F$  в единице объема  $V$  массообменного аппарата,  $K_Y$  [моль/м<sup>3</sup>·с] =  $K_F \cdot A \cdot C_0$  - объемный коэффициент массопереноса.

6

Общий вид дифференциального уравнения мат. баланса по компоненту в стационарных условиях имеет вид:

$$- \operatorname{div}(\mathbf{J}) + \sigma = 0, \quad (15)$$

где  $\text{div}(\mathbf{J})$  [моль/м<sup>3</sup>·с] - дивергенция плотности потока компонента  $\mathbf{J}$  [моль/м<sup>2</sup>·с] ,  $\sigma$ [моль/м<sup>3</sup>·с]- источник возникновения компонента в объеме.

В нашем случае дивергенция потока НК (бензола) в паре вдоль продольной координаты  $Z$  аппарата, выраженная через неизменный по условию задачи мольный поток газа  $G$ , приходящийся на единицу поперечного сечения колонны, и мольную долю компонента в нем, равна

$$\text{div}(\mathbf{J}) = G \cdot dY/dZ . \quad (16)$$

Источник возникновения бензола в паре равен

$$\sigma = W_v = -K_Y \cdot (Y - Y^*). \quad (17)$$

Подставляя (16) и (17) в (15), имеем

$$G \cdot dY/dZ = -K_Y \cdot (Y - Y^*). \quad (18)$$

Разделяя переменные и интегрируя уравнение (18), получаем выражение для расчета высоты  $H$  ректификационной колонны, работающей в безотборном режиме:

$$H = G / K_Y \cdot \int_{y_w}^{y_p} dY / (Y^*(X) - Y(X)) . \quad (19)$$

Интеграл в уравнении (19) называется **числом единиц переноса** и обозначается  $n_y$ , а величина  $h_y = G/K_Y$ , соответственно, высотой единицы переноса. Определив величину интеграла или число единиц переноса  $n_y$ , по уравнению (19) легко найти требуемую высоту массообменной зоны колонны. Зная высоту колонны, из уравнения (19) определяется коэффициент массопереноса  $K_Y$ .

#### Алгоритм расчета $n_y$

Задается значение мольной доли НК бензола  $X$  в жидкости в интервале  $X_w = X = X_p$ , по диаграмме равновесных концентраций бензола в жидкости и паре (рис. 3) находится  $Y^*(X)$ , по уравнению рабочей линии колонны (для безотборного режима работы колонны - формула (11)) рассчитывается текущая концентрация  $Y(X)$ , далее определяется значение дроби  $1/(Y^*(X) - Y(X))$ , строится график зависимости  $1/(Y^*(X) - Y(X))$  от  $Y$  в интервале от  $Y_p$  до  $Y_w$ , значение площади под этой кривой и есть величина искомого интеграла. Используя приведенную процедуру определения  $Y^*(X)$  и  $Y(X)$ , легко найти значение интеграла численно методами Симпсона, прямоугольников, трапеций и др.

При непрерывном отводе из колонны дистиллята  $P$  равенство потоков пара и жидкости вдоль колонны не выполняется:  $G \neq L$ . В условиях эквимольного обмена компонентами плотность потока пара  $G$  остается неизменным, а величина плотности потока жидкости  $L$  претерпевает ступенчатое изменение в точке ввода разделяемой смеси. Вследствие этого ход рабочих линий для низа (от точки ввода исходной смеси до куба) и верха (от точки ввода исходной смеси до дефлегматора) существенно отличается.

Уравнение рабочей линии для верха ректификационной колонны выводится из из равенства (10):

$$Y = (Y_P - (L/G) \cdot X_P) + (L/G) \cdot X, \quad (20)$$

В соответствии со схемой ректификационной установки, весь пар поднимающийся по колонне конденсируется в дефлегматоре. Тогда плотность потока поднимающегося вверх пара  $G$  равна

$$G = P/S + L = P/S + P \cdot R/S = P \cdot (R+1)/S, \quad (21)$$

где  $R$  - флегмовое число, показывающее во сколько раз количество жидкости, возвращаемое назад в колонну (флегмы), превосходит количество дистиллята:

$$L = R \cdot P/S. \quad (22)$$

В результате полной конденсации паров в дефлегматоре концентрация пара, покидающего аппарат, и жидкости (флегмы), возвращаемой в колонну, равны между собой  $Y_P = X_P$ . Учитывая последнее равенство, подставив выражения для  $G$  и  $L$  в формулу (20), получим уравнение рабочей линии верхней части колонны  $X_F = X = X_P$ :

$$Y = (1/(R+1)) \cdot X_P + (R/(R+1)) \cdot X. \quad (23)$$

Аналогично строится рабочая линия нижней части колонны. В практических расчетах "с запасом" полагают, что концентрация пара на выходе из куба  $Y_W$  равна концентрации жидкости в нем (на самом деле концентрация НК в паре по закону Рауля должна быть выше, чем в жидкости), т.е.  $Y_W = X_W$ . Тогда уравнение материального баланса по НК для низа колонна имеет вид:

$$G \cdot (Y - Y_W) = L \cdot (X - X_W), \quad (24)$$

Количество пара в нижней части колонны равна количеству пара в ее верхней части и определяется уравнением (21). Молярный поток жидкости  $L$  в нижней части колонны равен

$$L = R \cdot P/S + F/S = (R \cdot P + \phi \cdot P)/S = P \cdot (R+\phi)/S, \quad (25)$$

где  $\phi$  показывает во сколько раз питающий поток  $F$  больше  $P$ .

8

Подставляя полученные значения в формулу (18), получим уравнение рабочей линии нижней части колонны  $X_W = X = X_F$ :

$$Y = ((1-\phi)/(R+1)) \cdot X_W + (R+\phi)/(R+1) \cdot X. \quad (26)$$



В точке с координатами  $X_F$  и  $Y_F$  рабочие линии верхней и нижней частей колонны будут пересекаться. На рис. 6 показана равновесная кривая, а также рабочая линия ректификационной колонны.

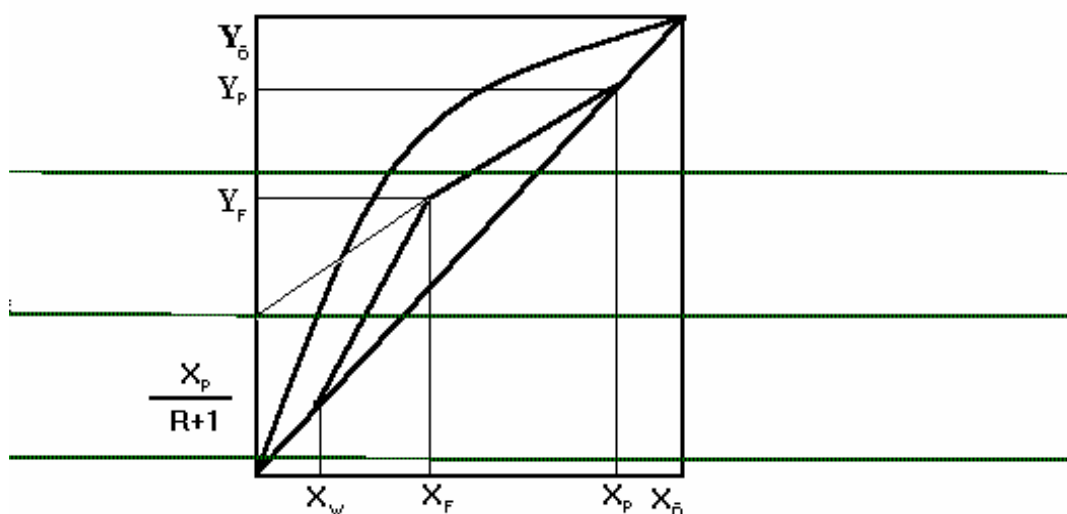


Рис.6. Рабочая линия ректификационной колонны, работающей в непрерывном режиме.

Верхняя часть колонны (от точки ввода исходной смеси до дефлегматора) называется укрепляющей, в ней пары должны максимально насыщаться НК, а нижняя (от точки ввода исходной смеси до куба) - исчерпывающей, в ней из жидкости в максимальной степени удаляется НК.

### Алгоритм расчета высоты ректификационной колонны $H$

На основании опытных данных, полученных с экспериментальной ректификационной установки, определяется коэффициент массопереноса  $K_y$  для измеренной величины плотности потока пара  $G$ . Задается величина поперечного сечения колонны  $S$  и по формуле (21) рассчитывается поток жидкости  $L$ , возвращаемый в колонну из дефлегматора, и флегмовое число  $R$ . По уравнениям (6) и (7) находятся  $W$  и  $X_w$ , по формулам (23), (26) строится рабочая линия колонны, определяются числа единиц переноса  $n_y$  для верха и низа колонны, по формуле (19) определяются высоты, их сумма составляет искомую величину.

Интенсифицировать процесс массообмена и, таким образом, уменьшить высоту массообменной зоны колонны возможно путем увеличения поверхности раздела фаз в единице объема массообменной зоны аппарата, т.е.  $A$  в формуле (14). Для увеличения  $A$  массообменная зона ректификационных колонн формируется из определенным образом уложенных насадок с развитой поверхностью рис. 7 или тарелок рис. 8, в которых контакт между жидкой и паровой фазами осуществляется путем барботажа пара через жидкость.

Рис.7. Типы насадок:

а - кольца Рашига, беспорядочно уложенные (навалом); б - кольца с перегородками, правильно уложенные; в - насадка Гудлое; г - кольца Паля.

Рис. 8. Схема работы колпачковой тарелки.

1- тарелка; 2 - газовые патрубки; 3 - колпачки; 4- сливные трубки.

1. НА ОСНОВАНИИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО ПОЛУЧЕННЫХ СОСТАВОВ РАСТВОРА БЕНЗОЛ-ГЕПТАН В ДЕФЛЕГМАТОРЕ И КУБЕ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ, РАБОТАЮЩЕЙ В РЕЖИМЕ БЕЗ ОТБОРА ДИСТИЛЛЯТА, НАЙТИ ОБЪЕМНЫЙ КОЭФФИЦИЕНТ МАССОПЕРЕНОСА  $K_Y$  КОЛОННЫ.

2. ИСПОЛЬЗУЯ ПОЛУЧЕННОЕ ЗНАЧЕНИЕ  $K_Y$ , РАССЧИТАТЬ НЕОБХОДИМУЮ ВЫСОТУ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩУЮ ЗАДАННУЮ СТЕПЕНЬ РАЗДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ И ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТЬ ПО ДИСТИЛЛЯТУ.

Схема лабораторной ректификационной установки и ее пульт управления изображены на рис. 8. Установка состоит из куба 1 (емкостью 4 литра) с электрической печью 8, ректификационной колонны 2 с обогревающей рубашкой, дефлегматора-холодильника 3, регулятора потоков 4 с управляющим электромагнитом 5, вентиля 6 для взятия пробы дистиллята, капилляра 7, служащего для отбора проб из куба колонны.

Куб, ректификационная колонна насадочного типа диаметром 50мм., высотой 900мм. и дефлегматор-холодильник изготовлены из нержавеющей стали. Элемент насадки колонны представляет собой ситчатый патрубок диаметром и длиной 5 мм., выполненный также из нержавеющей стали. Принцип действия ректификационной колонны изложен в теоретическом введении к лабораторной работе. В исходном состоянии при отключенном электромагните 5 регулятор 4 направляет весь поток жидкости из дефлегматора в ректификационную колонну, исключая возможность отбора дистиллята. Подобный режим работы означает, что в соответствии с рис.4 и уравнениями мат. баланса ректификационной колонны, потоки исходной смеси  $F$ , дистиллята  $P$ , кубового остатка  $W$  равны нулю. Колонна в этом случае работает “сама на себя” и представляет собой удобный объект для исследований.

#### ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА НА ЛАБОРАТОРНОЙ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ УСТАНОВКЕ.

1. Ознакомиться с правилами техники безопасности при работе на лабораторной ректификационной установке.
2. Медленно открывая водопроводный кран, подать охлаждающую воду в холодильник-дефлегматор 3.
3. На пульте управления установкой (рис. 8) нажатием черной кнопки пускателя 9а подключить ее к энергосети. При этом должна загореться красная лампа 9б.
4. Нажатием кнопки 12 привести в действие механизм подъема электрической печи, которая осуществляет нагрев куба. Отключение механизма производится автоматически.
5. Поворотом по часовой стрелке ручек 13а и 14а до совмещения риски на ручке с меткой 1 включить нагрев печи. При этом должны загореться лампа 14б и амперметр 13б показать ток дна печи.

Рис.9. Схема ректификационной установки и ее пульта управления

1 - куб; 2 - колонна; 3 - холодильник-дефлегматор; 4 - регулятор потоков; 5 - электромагнит; 6 - вентиль для отбора проб дистиллята; 7 - капилляр для отбора проб из куба; 8 - печь; 9а - кнопки включения-выключения электросети; 9б - сигнальная лампа; 10 - опускание печи; 11 - остановка движения печи; 12 - подъем печи; 13а - рукоятка регулировки нагрева дна печи; 13б - амперметр тока дна печи; 14а - рукоятка регулировки нагрева стенок печи; 14б - сигнальная лампа; 15а - рукоятка регулировки обогрева стенок колонны; 15б - амперметр тока обогрева стенок колонны; 16 - трубка для отбора дистиллята; 17 - лапка-зажим; 18 - тумблер включения регулятора потоков; 19 - рукоятка регулировки длительности включения электромагнита; 20 - рукоятка регулировки частоты включения электромагнита; 21 - сигнальная лампа регулятора потоков.

6. Ознакомиться с инструкцией по работе с рефрактометром (см.приложение). Определить состав исходной исследуемой смеси. Для этого отвинтить колпачок с капилляра 7, поместить в него шприц и отобрать им пробу смеси, которую затем перенести в пробирку с притертой пробкой. После этого колпачком закрыть капилляр. Необходимое количество жидкости из пробирки перенести в рефрактометр, где определить ее показатель преломления. По градуировочной диаграмме показатель преломления-мольная доля бензола в смеси определяется ее состав. Полученный результат с указанием времени занести в таблицу.
7. После закипания смеси (через 60-90минут) в регуляторе потоков 4 должна появиться жидкость, которая полностью будет направляться обратно в колонну. С этого момента через каждые 15 минут следует отбирать пробы из куба ректификационной установки и заносить результаты в таблицу аналогично тому, как описано в п.6. Кроме того, параллельно с получением данных следует строить график зависимости изменения состава в кубе колонны от времени.
8. Отбор проб прекратить, когда состав смеси практически перестанет изменяться, что означает выход ректификационной установки на стационарный режим. На это уходит примерно 1.5 часа.
9. Определить величину возвращаемого в колонну потока жидкости и его состав. Для этого включить тумблером 18 регулятор потоков при этом должна загореться контрольная лампа 21 и повернуть по часовой стрелке ручку 19 до совмещения с меткой 1. Тем самым включается ток в обмотке электромагнита 5 и подвижный контакт регулятора потоков притягивается к магниту, в результате изменения положения подвижного контакта вся жидкость из дефлегматора-холодильника направляется по отводному каналу, перекрываемому вентилем 6. Поворотом против часовой стрелки рукоятки вентиля 6 вентиль открывается, и поток жидкости направляется в мерный цилиндр. Зафиксировав время 10-15 секунд, определить величину этого потока, после чего закрыть вентиль 6, ручку 19 повернуть в обратную сторону, выключить тумблер 18. Из мерного цилиндра взять пробу, определить ее показатель преломления, а затем по градуировочной диаграмме ее состав. Полученный результат занести в таблицу.
10. Выключить установку. Возвратить на "0" ручки 13а и 14а. Нажатием кнопки 10 начать опускание печи. Как только печь опустится до метки на поверхности куба, остановить ее нажатием кнопки 11. Нажатием красной кнопки пускателя 9а отключить электропитание установки.
11. После прекращения кипения жидкости и стекания дистиллята в колонну отключить охлаждающую воду.

## ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА.

На основании полученных данных заполняются таблицы.

Таблица 1.

НОМЕР ПРОБЫ РАСТВОРА ИЗ КУБА	ВРЕМЯ	ПОКАЗАТЕЛЬ ПРЕЛОМЛЕНИЯ $n_d^{20}$	МОЛЬНАЯ ДОЛЯ БЕНЗОЛА, $X_w$

Таблица 2.

ВЕЛИЧИНА ПОТОКА ДИСТИЛЛЯТА, ВОЗВРАЩАЕМОГО В КОЛОННУ (ФЛЕГМЫ) $I$ [мл/с]	ПОКАЗАТЕЛЬ ПРЕЛОМЛЕНИЯ ПРОБЫ ДИСТИЛЛЯТА $n_d^{20}$	МОЛЬНАЯ ДОЛЯ БЕНЗОЛА В ДИСТИЛЛЯТЕ $X_p$

### МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА МАССОПЕРЕДАЧИ РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ В БЕЗОТБОРНОМ РЕЖИМЕ.

1. Построить равновесные кривые, т.е. выполнить задание 1 из теоретического введения.
2. На диаграмме  $X$ - $Y$  построить рабочую линию ректификационной колонны, работающей в режиме без отбора дистиллята. Из формулы (10) легко видеть, что когда  $L=G$ , рабочая линия представляет собой отрезок диагонали диаграммы  $X$ - $Y$  с координатами  $X_w, Y_w$  и  $X_p, Y_p$ .
3. Определить **число единиц переноса**  $n_y$ . Методика его определения подробно изложена в теоретическом введении.
4. Определить плотность мольного потока пара  $G$ , конденсирующегося в холодильнике-дефлегматоре. Плотность жидкости, конденсирующейся в дефлегматоре положим равной

$$d_{cp} = X_p \cdot d_6 + (1 - X_p) \cdot d_r,$$

где  $d_6 = 0.879$  [г/мл],  $d_r = 0.684$  [г/мл] плотности, соответственно, жидких бензола и гептана. Средняя молярная масса этого раствора равна

$$M_{cp} = X_p \cdot M_6 + (1 - X_p) \cdot M_r,$$

где  $M_6$  и  $M_7$  молярные массы бензола и гептана. Тогда плотность молярного потока  $L$  [моль/м<sup>2</sup>·с] равна

$$L = l \cdot d / (S \cdot M_{cp}),$$

где  $S$  - поперечное сечение колонны диаметром 50мм.

В режиме без отбора дистиллята

$$G = L.$$

5. Определить объемный коэффициент массопередачи  $K_Y$ . По формуле (13) для известной высоты колонны  $H=900$ мм. находим объемный коэффициент массопередачи:

$$K_Y = G \cdot n_y / H.$$

Следует иметь в виду, что полученный коэффициент  $K_Y$  адекватно описывает процесс только для данного  $G$ .

## 2. КОНТРОЛЬ

я. 1973.

3. А.И.Скобло, И.А.Трегубова, Ю.К.Молоканов. Процессы и аппараты нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности. М.: Химия, 1982.

М.С.Грановский, С.Л.Левченко

МЕТОДИЧЕСКАЯ РАЗРАБОТКА К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ  
**"РАСЧЕТ КОЭФФИЦИЕНТА МАССОПЕРЕНОСА И ВЫСОТЫ  
РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ"**

Москва - 1998

ПРИЛОЖЕНИЕ

СХЕМА РЕФРАКТОМЕТРА



1 - окуляр отсчетного микроскопа; 2 - окуляр установочной зрительной трубы; 3- призмный блок; 4- отверстие для приема пробы жидкости между основными гранями призм блока; 5 - замок призмного блока; 6 - осветительная призма шкалы показателя преломления; 7 - рукоятка компенсатора; 8 - рукоятка замка призмного блока; 9 - осветительное зеркало призмного блока; 10 - гильза термометра; 11 - рукоятка поворота призмного блока; 12 - настроечные кольца.

## ПРИНЦИП РАБОТЫ И ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ НА РЕФРАКТОМЕТРЕ

Поворотом осветительной призмы 6 и зеркала 9 добиваются удовлетворительного освещения окуляров отсчетного микроскопа 1 и установочной зрительной трубы 2, а вращением настроечных колец 12 достигают резкого изображения шкалы показателя преломления в 1 и окулярного креста в 2. Несколько капель исследуемой жидкости заливают

в отверстие 4, при этом она заполняет зазор между гранями двух стеклянных призм, составляющих призмный блок 3. Лучи света проходят последовательно первую призму, слой жидкости, вторую призму и выходят под углом, зависящим от показателя преломления исследуемой жидкости. Вращая призмный блок рукояткой 11, который жестко связан со шкалой показателя преломления, наблюдаем в поле зрения окуляра 2 переход между светлой (вверху) и темной (внизу) зонами. Вращением рукоятки 7 добиваемся четкой границы между зонами и устранения цветовой каймы у этой границы. Далее поворотом рукоятки 11 перемещаем границу светлой и темной зон до совпадения с перекрестием окулярного креста, что означает точную установку зрительной трубы на луч под предельным углом преломления. В поле зрения окуляра 1 относительно горизонтальной черты по левой шкале отсчитывается значение показателя преломления. Затем поворотом рукоятки 8 по часовой стрелке открывается призмный блок, фильтровальной бумагой удаляются остатки жидкости, после чего он закрывается. Рефрактометр готов для нового измерения.