

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева

**ПРОЦЕССЫ И АППАРАТЫ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ.  
РАЗДЕЛЕНИЕ ГОМОГЕННЫХ И ГЕТЕРОГЕННЫХ СИСТЕМ.  
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

Рекомендовано федеральным учебно-методическим объединением по укрупненной группе специальностей и направлений подготовки 18.00.00 Химические технологии в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальностям и направлениям подготовки УГСН 18.00.00 Химические технологии

Москва  
2016

УДК 66.021(075)  
ББК 35.111; 35.113я7  
П845

Авторы: Е. П. Моргунова, А. А. Труберг, И. К. Кузнецова,  
Л. С. Сальникова, О. В. Кабанов, Н. З. Хабибова, Р. Б. Комляшев,  
А. М. Трушин, Е. А. Дмитриев, М. А. Носырев, О. В. Каширина

Рецензенты:

Доктор технических наук, профессор,  
заведующий кафедрой «Процессы и аппараты химической технологии»  
Московского государственного машиностроительного университета  
*Д. А. Баранов*

Доктор технических наук, профессор  
кафедры общей химической технологии  
Российского химико-технологического университета им. Д. И. Менделеева  
*А. В. Беспалов*

**Процессы и аппараты химической технологии. Лабораторный**  
П845 **практикум:** в 2 ч. : учеб. пособие / Е. П. Моргунова, А. А. Труберг,  
И. К. Кузнецова, Л. С. Сальникова, О. В. Кабанов, Н. З. Хабибова,  
Р. Б. Комляшев, А. М. Трушин, Е. А. Дмитриев, М. А. Носырев,  
О. В. Каширина; под ред. Е. А. Дмитриева, О. В. Кабанова. – М. :  
РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2016.

ISBN 978-5-7237-1428-1

**Ч. 2. Разделение гомогенных и гетерогенных систем.** – 120 с.

ISBN 978-5-7237-1438-0

Представлен ряд модифицированных лабораторных работ по процессам разделения гомогенных и гетерогенных систем. Работы содержат краткое теоретическое введение, описание технологических схем и основного оборудования, рекомендации к выполнению экспериментов и обработке опытных данных. В приложениях приведены краткие сведения о приборах и инструментах, используемых при выполнении лабораторного практикума, а также о принятых условных обозначениях аппаратуры и контрольно-измерительных приборов.

Предназначено для студентов, обучающихся по направлению подготовки бакалавров 240100, 240300, 241000, магистров 180401, 180402, специалистов 240300, 240700.

УДК 66.021(075)  
ББК 35.111; 35.113я7

ISBN 978-5-7237-1438-0 (ч. 2)  
ISBN 978-5-7237-1428-1

© Российский химико-технологический  
университет им. Д. И. Менделеева, 2016

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Лабораторный практикум по курсу «Процессы и аппараты химической технологии» является важным пособием для изучения этой фундаментальной дисциплины при подготовке бакалавров, магистров и инженеров химико-технологического направления.

Данное пособие является второй частью общего лабораторного практикума по курсу ПАХТ и посвящено процессам разделения гомогенных систем (десорбция, простая перегонка, периодическая ректификация, обратноосмотическое разделение растворов) и гетерогенных систем (осаждение частиц и всплытие пузырей, фильтрование суспензий, гидродинамика зернистых слоёв).

Важность лабораторного практикума значительно увеличилась после существенного сокращения объёма практики студентов на промышленных предприятиях. Проведение практикумов в виртуальной форме, что стало устойчивой тенденцией в подготовке специалистов, не может являться полноценной заменой выполнения лабораторных работ на реальных установках. Данный практикум даёт студентам возможность получить практические навыки работы на технологическом оборудовании, позволяет ознакомиться с работой установок, моделирующих процессы в реальных промышленных аппаратах и изучить приборы контроля и управления.

Настоящий лабораторный практикум является коллективным трудом преподавателей кафедры процессов и аппаратов химической технологии РХТУ им. Д. И. Менделеева: Моргунова Е. П. (работа 1), Труберг А. А. (работа 2), Кузнецова И. К. (работа 2), Сальникова Л. С. (работа 3), Кабанов О. В. (работы 3, 5, 8), Хабибова Н. З. (работа 4), Комляшев Р. Б. (работы 5, 6, 9), Трушин А. М. (работы 5, 7, 8), Дмитриев Е. А. (работа 6), Носырев М. А. (работы 7, 9), Каширина О. В. (работа 8). В представленных работах сделаны ссылки на описание установок в ранее изданных учебных пособиях кафедры.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1

## ИЗУЧЕНИЕ МАССООТДАЧИ В ЖИДКОЙ ФАЗЕ

*Абсорбция* – это процесс избирательного поглощения газов или паров жидким поглотителем (абсорбентом). Если поглощаемый компонент не вступает в химическое взаимодействие с абсорбентом, то такой процесс носит название *физической абсорбции*. Процесс физической абсорбции обратимый: переход компонента из газовой в жидкую фазу – абсорбция, и обратный процесс – переход из жидкой фазы в газовую – десорбция.

В данной работе изучается процесс десорбции труднорастворимого диоксида углерода из водного раствора в воздух. Скорость процесса десорбции диоксида углерода равна скорости его абсорбции водой из воздушно-газовой смеси, если эти процессы протекают при одинаковых условиях (температуре, давлении, геометрических параметрах аппарата), поэтому процессы абсорбции и десорбции подчиняется одним и тем же закономерностям.

Процесс абсорбции широко используется в химической технологии – как в самих технологических процессах, так и при очистке газовых выбросов химических предприятий от вредных примесей.

Количество компонента, переносимого из газовой фазы в жидкую, или наоборот, описывается основным уравнением массопередачи:

$$J_m = K_x \cdot A \cdot \Delta x_{\text{ср}} \quad (1.1)$$

где  $J_m$  – количество компонента, переходящего из одной фазы в другую,

$\frac{\text{кг}}{\text{с}}$ ;  $K_x$  – коэффициент массопередачи в жидкой фазе,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \frac{\text{кг}}{\text{м}^3}}$  или  $\frac{\text{м}}{\text{с}}$ ;

$A$  – поверхность контакта фаз, участвующая в процессе массообмена,  $\text{м}^2$ ;

$\Delta x_{\text{ср}}$  – средняя движущая сила процесса массопередачи, выраженная через концентрации в жидкой фазе,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$ .

Уравнение (1.1) используется для определения поверхности контакта фаз в массообменных аппаратах. Количество переносимого компонента  $J_m$

определяется по уравнению материального баланса:

$$J_m = \dot{V}_x \cdot (x_H - x_K), \quad (1.2)$$

где  $\dot{V}_x$  – объёмный расход жидкой фазы (воды), м<sup>3</sup>/с;  $x_H$ ,  $x_K$  – содержание диоксида углерода в воде в начале и в конце процесса десорбции соответственно,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$ ;

Движущая сила в противоточном плёночном аппарате  $\Delta x_{\text{ср}}$  определяется как средняя логарифмическая величина между движущими силами на концах колонны. Так, при десорбции CO<sub>2</sub> из воды в воздух:

$$\Delta x_{\text{ср}} = \frac{(x_H - x_H^*) - (x_K - x_K^*)}{\ln \left( \frac{x_H - x_H^*}{x_K - x_K^*} \right)}, \quad (1.3)$$

где  $x_H^*$ ,  $x_K^*$  – равновесное содержание двуокиси углерода в воде на входе и выходе из колонны соответственно,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$ .

Равновесная концентрация диоксида углерода на входе и выходе из колонны определяется по равновесной зависимости  $x^* = f(y)$ , где  $y$  – содержание диоксида углерода в воздухе,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$ .

Коэффициент массопередачи  $K_x$  определяется по уравнению аддитивности фазовых сопротивлений:

$$\frac{1}{K_x} = \frac{1}{\beta_x} + \frac{1}{m \cdot \beta_y}, \quad (1.4)$$

где  $\beta_x$  и  $\beta_y$  – коэффициенты массоотдачи в жидкой и газовой фазе соответственно,  $\frac{\text{м}}{\text{с}}$ ;  $m$  – коэффициент распределения, численно равный танген-

су угла наклона линии равновесия в системе CO<sub>2</sub> – H<sub>2</sub>O; для плохо растворимого газа коэффициент распределения  $m$  очень большая величина.

Тогда, пренебрегая вторым слагаемым уравнения (1.4), имеем:

$$\frac{1}{K_x} \approx \frac{1}{\beta_x} \text{ или } K_x \approx \beta_x,$$

а основное уравнение массопередачи примет вид:

$$\beta_x = \frac{\dot{V}_x \cdot (x_H - x_K)}{A \cdot \Delta x_{cp}}. \quad (1.5)$$

Данное уравнение лежит в основе экспериментального определения коэффициента массоотдачи  $\beta_x$  в жидкой фазе при десорбции диоксида углерода.

**Цель работы:** экспериментальное определение коэффициента массоотдачи в жидкой фазе при десорбции диоксида углерода в воздух в плёночной колонне; сравнение полученного значения с рассчитанным по критериальным уравнениям.

### Описание установки

Схема лабораторной установки представлена на рис. 1.1.

Исходная свежая вода из ёмкости  $E_2$  подается по трубопроводу с помощью насоса  $H$  в ёмкость  $E_1$ . В этой ёмкости вода насыщается диоксидом углерода, подаваемым из газового баллона через барботёр, расположенный в верхней ёмкости.

Вода, насыщенная углекислым газом подаётся в трубчатую колонну  $T$ , представляющую собой стеклянную трубку диаметром 20 мм и высотой 750 мм. Расход подаваемой жидкости регулируется вентилем  $B_1$  и измеряется ротаметром (поз.1). В верхней части трубчатой колонны расположено распределительное устройство  $P$ , обеспечивающее равномерное распределение жидкости в виде тонкой плёнки по периметру колонны, а в нижней гидрозатвор  $Z$ .

Противотоком к жидкости снизу в колонку подаётся воздух с помощью воздуходувки  $B$ . При стекании плёнки жидкости из неё десорбируется диоксид углерода. Вода после десорбции  $CO_2$  стекает в ёмкость  $E_2$ . Ёмкости  $E_1$  и  $E_2$  – из стекла объёмом по 50 л.

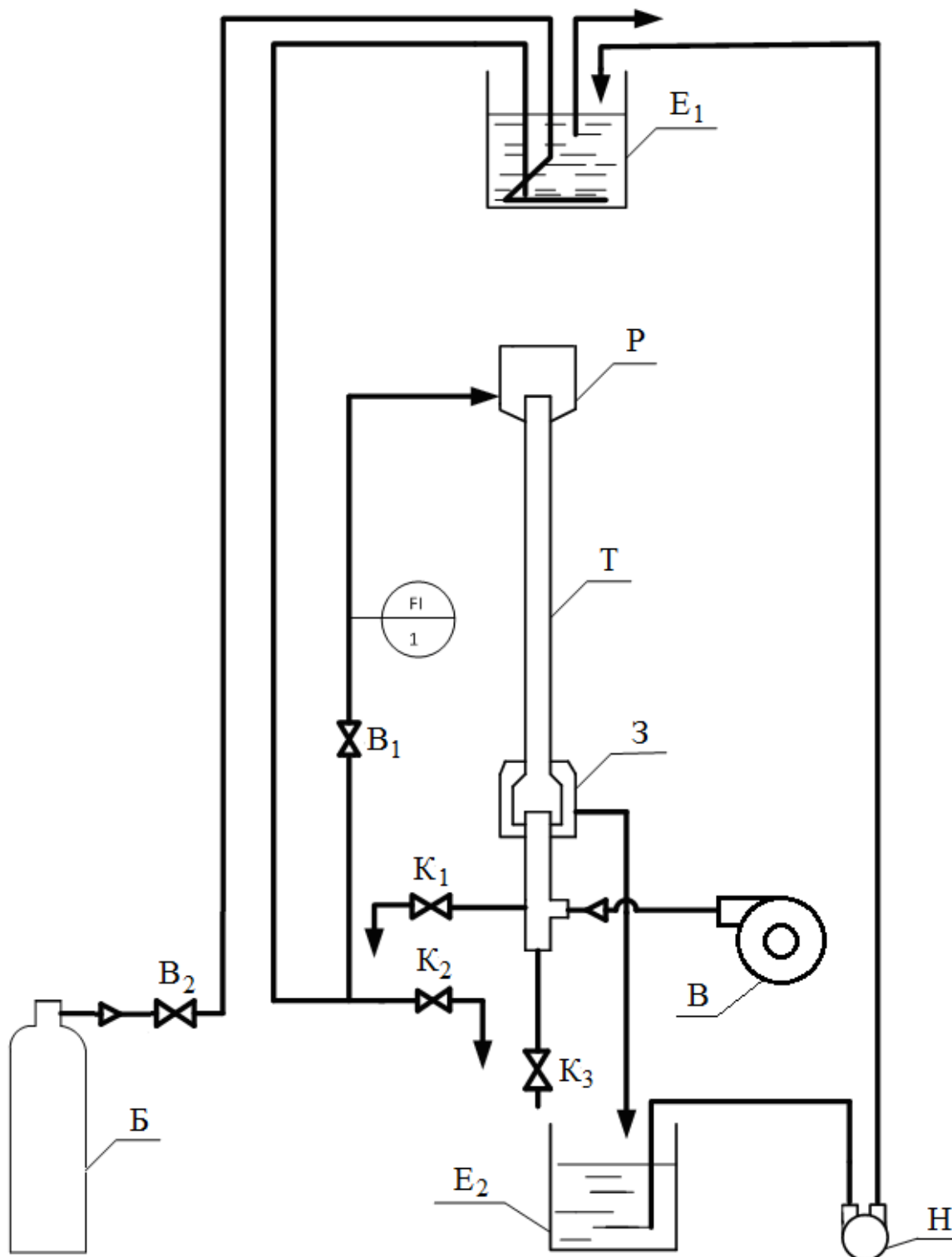


Рис. 1.1. Схема лабораторной установки для определения коэффициента массоотдачи в жидкой фазе [1]:

Н – насос, В – воздуходувка, З – гидрозатвор, Т – трубчатая колонна,  
 Б – баллон с углекислым газом, Р – распределительное устройство,  
 E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub> – ёмкости, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> – вентили, K<sub>1</sub>–K<sub>3</sub> – краны

Воздуходувка В ротационная, пластинчатого типа, производительностью  $2 \frac{\text{нм}^3}{\text{мин}}$  и напором 50 кПа. Потребляемая мощность электродвигателя воздуходувки 270 Вт.

Насос Н шестерёнчатого типа, снабжён электродвигателем АОЛ-21/4 со скоростью вращения  $1400 \frac{\text{об}}{\text{мин}}$  и мощностью 270 Вт.

На линии подачи воды расположен ротаметр (поз.1) марки РС-3 с максимальным расходом воды 44 л/ч и регулирующий вентиль В<sub>1</sub>.

### **Методика выполнения работы**

1. Включите пускатель насоса Н (рис. 1.1). Жидкость начнёт перекачиваться из нижней ёмкости Е<sub>2</sub> в верхнюю ёмкость Е<sub>1</sub>. Необходимо следить, чтобы уровень воды в нижней ёмкости не опускался ниже 5–7 см от конца всасывающего трубопровода. Выключите насос.

2. Проведите насыщение жидкости в верхней ёмкости Е<sub>1</sub> диоксидом углерода, находящемся в газовом баллоне. Для этого откройте вентиль головки баллона специальным ключом, против часовой стрелки. Насыщение газом проводите 5–6 мин. Закройте вентиль на баллоне.

3. Включите воздуходувку 4.

4. Откройте вентиль В<sub>1</sub> и установите на ротаметре (поз. 1) заданный преподавателем расход воды, насыщенной углекислым газом. Вода должна равномерной пленкой стекать по внутренней поверхности стеклянной трубки Т.

5. Отберите с помощью соответствующих кранов К<sub>1</sub> и К<sub>2</sub> пробы воды объёмом 100 мл для определения содержания диоксида углерода до десорбции и после. Отбор проб следует проводить медленно, небольшими порциями, чтобы не происходило дополнительной десорбции.

6. Отберите последовательно несколько проб и сразу же измерьте концентрации диоксида углерода в растворе с помощью рН-метра.

7. Закройте все вентили и выключите воздуходувку В.



## Обработка экспериментальных данных

1. Определение коэффициента массоотдачи на основе экспериментальных данных.

Сделаем допущение, что при исследовании процесса десорбции диоксида углерода из водного раствора его концентрация в воздухе будет пренебрежимо мала, т.е.  $x_H^* = 0$  и  $x_K^* = 0$ . Тогда

$$\Delta x_{\text{ср}} = \frac{x_H - x_K}{\ln \frac{x_H}{x_K}}. \quad (1.6)$$

Примем, что поверхность контакта фаз (поверхность плёнки) равна внутренней поверхности стеклянной трубки:

$$A = \pi \cdot d \cdot l, \quad (1.7)$$

где  $d$  – внутренний диаметр трубки, м;  $l$  – длина трубки, м.

Подставим полученные величины в уравнение (1.5):

$$\beta_x = \frac{\dot{V}_x \cdot (x_H - x_K)}{\pi \cdot d \cdot l \cdot \Delta x_{\text{ср}}} = \frac{\dot{V}_x}{\pi \cdot d \cdot l} \cdot \ln \left( \frac{x_H}{x_K} \right). \quad (1.8)$$

Выражение  $n_x = \frac{x_H - x_K}{\ln \left( \frac{x_H}{x_K} \right)}$  представляет собой число единиц переноса, выраженное через концентрации диоксида углерода в жидкой фазе.

Для расчёта коэффициента массоотдачи жидкой фазы  $\beta_x$  можно также использовать линейную массовую плотность орошения колонны  $\Gamma$ , кг/(м·с):

$$\Gamma = \frac{\rho \cdot \dot{V}_x}{\pi \cdot d}, \quad (1.9)$$

где  $\rho$  – плотность жидкой фазы, кг/м<sup>3</sup> ( $\rho_{\text{воды}} = 1000$  кг/м<sup>3</sup>).

Тогда с учётом (1.9) уравнение для  $\beta_x$  будет иметь вид:

$$\beta_x = \frac{\Gamma}{1000 \cdot l} \cdot \ln \left( \frac{x_H}{x_K} \right). \quad (1.10)$$

Для определения концентрации диоксида углерода в водном растворе используем показания рН-метра. Диоксид углерода взаимодействует с водой с образованием слабо диссоциирующей угольной кислоты:



Сделаем допущение, что концентрация образующейся угольной кислоты пропорциональна концентрации ионов водорода, а следовательно, и рН раствора. Получим:

$$\begin{aligned} \ln \frac{x_H}{x_K} &= 2,3 \cdot \lg \frac{x_H}{x_K} = 2,3 \cdot \lg \frac{H_H^+}{H_K^+} = 2,3 \cdot \lg \frac{10^{-pH_H}}{10^{-pH_K}} = \\ &= 2,3 \cdot \lg 10^{-pH_H} - 2,3 \cdot \lg 10^{-pH_K} = \\ &= 2,3 \cdot (pH_K - pH_H) = 2,3 \cdot \Delta pH \end{aligned}$$

Тогда

$$\beta_x = \frac{\Gamma}{1000 \cdot l} \ln \left( \frac{x_H}{x_K} \right) = \frac{2,3 \cdot \Gamma}{1000 \cdot l} \cdot \Delta pH$$

или

$$\beta_x = \frac{\dot{V}_x}{\pi \cdot d \cdot l} \cdot 2,3 \cdot \Delta pH. \quad (1.11)$$

2. Расчёт коэффициента массоотдачи по критериальным уравнениям, предложенным Г. С. Борисовым [2] для колонн плёночного типа в интервале  $300 < Re < 1600$

Критерий Рейнольдса для плёнки равен:

$$Re = \frac{4 \cdot \dot{V}_x \cdot \rho_{ж}}{\Pi \cdot \mu_{ж}}, \quad (1.12)$$

где  $\Pi = \pi \cdot d$  – смоченный периметр, м;  $d$  – диаметр колонны, м.

Коэффициент массоотдачи может быть рассчитан по критериальным уравнениям, через диффузионный критерий Шервуда Sh:

$$\beta_x = \frac{\text{Sh} \cdot D_x}{\delta_{\text{пр}}}, \quad (1.13)$$

где  $D_x$  – коэффициент диффузии распределяемого компонента в жидкости (для  $\text{CO}_2$  в воде при  $20^\circ\text{C}$   $D = 1,8 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2/\text{с}$ );  $\delta_{\text{пр}}$  – приведённая толщина плёнки, равная:

$$\delta_{\text{пр}} = \sqrt[3]{\frac{\mu_{\text{ж}}^2}{g \cdot \rho_{\text{ж}}^2}}. \quad (1.14)$$

$$\text{Sh} = B \cdot \text{Re}^m \cdot \text{Sc}^{0,5} \cdot \left(\frac{\delta_{\text{пр}}}{l}\right)^n, \quad (1.15)$$

где  $B$  – эмпирический коэффициент,  $l$  – длина трубки.

Диффузионный критерий Шмидта равен:

$$\text{Sc} = \frac{\mu_{\text{ж}}}{\rho_{\text{ж}} \cdot D_x}. \quad (1.16)$$

Значения  $B$ ,  $m$ ,  $n$  (1.15) для различных режимов движения плёнки [2] представлены в табл. 1.1.

Таблица. 1.1

### Коэффициенты критериального уравнения

Режим движения	$B$	$m$	$n$
$\text{Re} < 300$	0,888	0,45	0,5
$300 < \text{Re} < 1600$	$1,21 \cdot 10^6 \cdot 0,909^n$	$\frac{n}{3} - 2,18$	$\frac{3,2 - \lg \text{Re}}{1,47}$
$\text{Re} > 1600$	$7,7 \cdot 10^5$	1,0	0

Результаты экспериментальных и расчётных данных занесите в табл. 1.2.

Таблица. 1.2

**Экспериментальные и расчётные величины**

№ п/п	$\dot{V}_x$ , м <sup>3</sup> /с	$pH_n$	$pH_k$	$\beta_{x \text{ эксп}}$ м/с	$\delta_{пр} \cdot 10^5$ м	Sc	Sh	$\beta_{x \text{ расч}}$ м/с
1								
2								
3								

Проведите сравнение экспериментальных и расчётных значений коэффициентов массоотдачи.

**Контрольные вопросы**

1. Основное уравнение массопередачи, коэффициент массопередачи, его физический смысл и размерность.
2. Уравнение массоотдачи, коэффициент массоотдачи, его размерность и физический смысл.
3. Уравнение аддитивности фазовых сопротивлений. Проанализировать уравнение для случаев хорошо и плохо растворимых газов.
4. Принципы интенсификации процессов массообмена. Влияние скорости движения фаз на процесс абсорбции.
5. Основные критерии подобия диффузионных процессов и их физический смысл.
6. Достоинства и недостатки плёночных абсорбционных аппаратов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА МАССООТДАЧИ В ГАЗОВОЙ ФАЗЕ

Массообменные процессы являются наиболее распространенными в химической промышленности. Сложность описания этих процессов определяется, в первую очередь, наличием свободной поверхности контакта фаз, изменяющейся от взаимодействия потоков. Как правило, массообменные процессы многостадийны и включают в себя как перенос компонента внутри одной фазы, так и между фазами. Абсорбционные массообменные процессы играют важную роль в извлечении ценных компонентов из газовых смесей.

Кинетика абсорбции, т.е. скорость массообмена, определяется движущей силой процесса (степенью отклонения системы от равновесного состояния), свойствами поглотителя, перераспределяемого компонента и инертного газа, а также способом контакта фаз (гидродинамическим режимом).

Основным кинетическим уравнением массообменных процессов является уравнение массопередачи:

$$J_m = K_y \cdot A \cdot \Delta Y_{cp}, \quad (2.1)$$

где  $J_m$  – количество вещества, переходящее из одной фазы в другую, кг/с

или кмоль/с;  $K_y$  – коэффициент массопередачи в газовой фазе,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \frac{\text{кг}}{\text{м}^3}}$

или  $\frac{\text{кмоль}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \frac{\text{кмоль}}{\text{м}^3}}$ ;  $A$  – поверхность контакта фаз, участвующих в процессе

массообмена,  $\text{м}^2$ ;  $Y_{cp}$  – средняя движущая сила процесса массопередачи,

выраженная через концентрации в газовой фазе  $\Phi_y$ ,  $\frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$  или  $\frac{\text{кмоль}}{\text{м}^3}$ .

Обычно уравнение массопередачи применяют для определения поверхности  $A$  контакта фаз, а исходя из этой поверхности – размеров массо-

обменных аппаратов (диаметра и высоты). Для расчёта также необходимы: производительность аппарата, информация по равновесным и рабочим условиям, необходимой степени извлечения компонента из газа, данные по физико-химическим свойствам, равновесные зависимости и т.д.

Движущая сила массопередачи, выраженная через концентрации компонента в газовой фазе, определяется как среднее логарифмическое между  $\Delta \bar{Y}_H = \bar{Y}_H - \bar{Y}_H^*$  (на входе в аппарат) и  $\Delta \bar{Y}_K = \bar{Y}_K - \bar{Y}_K^*$  (на выходе), где  $\bar{Y}_H^*$ ,  $\bar{Y}_K^*$  – концентрации компонента в газовой фазе, равновесные с концентрацией компонента в жидкости на входе и выходе из абсорбера;  $\bar{Y}_H$ ,  $\bar{Y}_K$  – концентрации поглощаемого компонента на входе и выходе газа из аппарата.

Значение движущей силы массопередачи  $\Delta \bar{Y}_{cp}$  изменяется по высоте аппарата. Поэтому в расчётах, если рабочая и равновесная линии прямые, используют среднее логарифмическое значение:

$$\Delta \bar{Y}_{cp} = \frac{\Delta \bar{Y}_H - \Delta \bar{Y}_K}{\ln \frac{\Delta \bar{Y}_H}{\Delta \bar{Y}_K}}, \quad (2.2)$$

Значения  $\bar{Y}_H$  и  $\bar{Y}_K$ , расходы газа  $\dot{m}_G$  и жидкости  $\dot{m}_L$  могут быть определены экспериментально и из уравнения материального баланса по поглощаемому компоненту. При этом принимается, что количество компонента, поглощённого жидкостью из газа, невелико, т.е. при  $\dot{m}_G \approx \text{const}$  и  $\dot{m}_L \approx \text{const}$ :

$$J_m = (\bar{Y}_H - \bar{Y}_K) \cdot \dot{m}_G. \quad (2.3)$$

Зависимость между коэффициентами массопередачи и массоотдачи определяется уравнением аддитивности фазовых диффузионных сопротивлений:

$$\frac{1}{K_y} = \frac{1}{\beta_y} + \frac{m}{\beta_x}, \quad (2.4)$$

где  $\beta_x$  и  $\beta_y$  – коэффициенты массоотдачи в жидкой ( $\Phi_x$ ) и газовой ( $\Phi_y$ ) фа-

зе соответственно, м/с;  $m$  – коэффициент распределения или константа фазового равновесия.

В процессе массопередачи каждая из фаз оказывает определённое диффузионное сопротивление процессу переноса вещества. Диффузионное сопротивление в одной фазе может преобладать над сопротивлением в другой. В таком случае коэффициент массопередачи  $K_x$  или  $K_y$ , зависящий от диффузионных сопротивлений в обеих фазах, определяется величиной коэффициента массоотдачи  $\beta$  в той фазе, сопротивление в которой является определяющим.

Например, при абсорбции или десорбции хорошо растворимых газов, а также при испарении чистых жидкостей в воздух можно считать, что диффузионное сопротивление в газовой фазе  $\frac{1}{\beta_y}$  является определяющим для процесса массопередачи.

Испарение – сложный процесс тепло- и массообмена. Для создания условий, при которых мы можем пренебречь диффузионным сопротивлением жидкой фазы, необходим подвод к поверхности раздела фаз теплоты для испарения жидкости. Эту теплоту можно подводить как со стороны газовой фазы (при использовании предварительно подогретого воздуха), так и со стороны жидкой фазы (при использовании предварительно подогретой воды). Однако в последнем случае нельзя пренебрегать влиянием жидкой фазы на скорость испарения жидкости [3]. Таким образом, предпочтительнее проводить эксперимент с использованием подогретого воздуха и холодной водопроводной воды.

Для системы воздух – водяной пар – вода определяемый коэффициент массопередачи  $K_y$  при испарении воды в воздух равен коэффициенту массоотдачи в газовой фазе  $\beta_y$ , так как диффузионное сопротивление в жидкой фазе практически отсутствует  $\left( \frac{m}{\beta_x} \ll \frac{1}{\beta_y} \right)$ . Другими словами, коэффициент массопередачи  $K_y$  равен коэффициенту массоотдачи  $\beta_y$  в газовой фазе:

$$K_y \cong \beta_y. \quad (2.5)$$

Экспериментально коэффициент массоотдачи  $\beta_y$  в газовой фазе определяют по основному уравнению массопередачи (2.1) с учётом равенства (2.5). Таким образом, если диффузионное сопротивление переносу компонента из одной фазы в другую (в системе газ – жидкость) целиком сосредоточено в одной фазе, то коэффициент массопередачи численно равен коэффициенту массоотдачи в этой фазе.

Изложенный способ определения коэффициента массоотдачи  $\beta_y$  используют при исследовании контактных устройств: тарелок и насадок.

**Цель работы:** экспериментальное определение коэффициента массоотдачи в газовой фазе и сравнение его со значением, рассчитанным с использованием критериальных уравнений.

### Описание установки

Схема лабораторной установки представлена на рис. 2.1. Основным элементом лабораторной установки является насадочная колонна К из органического стекла внутренним диаметром  $d_k = 100$  мм и высотой 1500 мм, заполненная насадкой Н из керамических колец Рашига размером  $15 \times 15 \times 2$  мм с высотой слоя 200 мм. В верхней части колонны находится ороситель О для равномерного распределения жидкости по сечению колонны. Также на вершине колонны установлен брызгоотбойник Б для предотвращения уноса воды из колонны. Стекающая вниз вода удаляется из колонны через трубопровод, снабжённый гидрозатвором Г, который предотвращает выход воздуха из колонны через этот трубопровод.

Для равномерного распределения воздуха по сечению колонны и предотвращения попадания воды в газовую линию патрубков, через который воздух вводится в колонну, сверху защищён колпаком.

Воздух нагнетается в колонну снизу воздуходувкой В по трубопроводу внутренним диаметром 36 мм. Расход воздуха регулируется вентилем В<sub>3</sub>.

Воздух может нагреваться с помощью электрического подогревателя П, установленного на линии нагнетания воздуха в колонну. Напряжение на клеммах подогревателя П регулируется автотрансформатором и контролируется вольтметром.





Для измерения расхода воздуха на трубопроводе установлена диафрагма Д, имеющее отверстие диаметром 18 мм. Диафрагма соединена с U-образным дифференциальным манометром (поз. 1). Манометрическая жидкость – вода.

Для определения температуры и влажности воздуха используется психрометр, состоящий из «мокрого» (обернутого влажной тканью) и «сухого» (обычного) термометров.

«Мокрый» и «сухой» термометры обозначены следующим образом:

- на линии подачи воздуха (поз. 2) и (поз. 3);
- на линии выходящего воздуха (поз. 7) и (поз. 8).

Вода поступает в колонну из напорной ёмкости Е. Заполнение ёмкости Е производится водопроводной водой, которая может быть предварительно нагрета в водонагревателе ВН, либо проходить через систему подачи воды без нагрева. Расход воды регулируется вентилем  $V_2$  и измеряется по ротаметру (поз. 5).

Температура воды определяется по термометрам: поз. 6 – для воды, поступающей в колонну, поз. 4 – для вытекающей из колонны.

### **Методика выполнения работы**

Данная работа может выполняться двумя способами: при использовании атмосферного воздуха и предварительно нагретой воды, либо при использовании нагретого воздуха и холодной водопроводной воды.

1. Перед выполнением эксперимента необходимо удалить всю воду из ёмкости Е. Для этого откройте вентиль  $V_2$  и после опустошения ёмкости закройте вентиль.

2. Вода поступает в ёмкость из системы подачи воды. Откройте краны  $K_1$  и  $K_2$  и заполните ёмкость Е водой в течение 3 мин. Затем закройте краны  $K_2$  и  $K_1$ .

3. Дождитесь выравнивания температур в ёмкости Е в течение 10 мин.

4. Включите воздухоподогреватель В кнопкой пускателя (кнопка расположена справа от колонны), затем с помощью вентиля  $V_3$  установите расход воздуха в колонне (заданный преподавателем по показаниям U-образного дифманометра). При необходимости нагрева воздуха, включите подогрева-

тель П.

**Внимание!** Подача воды в колонну допускается только после подачи воздуха!

5. Откройте вентиль  $B_1$  для подачи воды в колонну. Установите заданный преподавателем расход воды по ротаметру F1.

В процессе проведения эксперимента *необходимо поддерживать заданный расход воды по ротаметру* с помощью вентиля  $B_1$ , так как по мере опорожнения ёмкости E расход воды будет уменьшаться.

6. Отметьте значения температуры воды на входе и температуры влажного воздуха на входе ( $T_{ВХ}$  и  $T_{М ВХ}$ ) и на выходе из установки ( $T_{ВЫХ}$  и  $T_{М ВЫХ}$ ). Несмотря на постоянные значения расходов газа и жидкости, температуры воздуха и воды в процессе проведения эксперимента изменяются. Дождитесь наступления стационарного режима протекания процесса, зафиксируйте показания всех приборов и занесите значения показаний в табл. 2.1. Переведите показания ротаметра в массовый расход воды с помощью графика, расположенного на установке.

Таблица 2.1

### Измеренные величины

№	Показания термометров на линии воздуха, °С				Показания ротаметра, $\dot{V}_{\text{ротам}}$		Показания диф. манометра $p_{\text{ман}}$		Температура воды, °С	
	Низ колонны		Верх колонны		Делен.	кг/с	мм	кПа	Верх	Низ
	$T_{ВХ}$	$T_{М ВХ}$	$T_{ВЫХ}$	$T_{М ВЫХ}$					$T_{Х В}$	$T_{Х Н}$
1										
2										
3										

Барометрическое давление  $p_0 = \underline{\hspace{2cm}}$  Па

7. Повторите пункт 6 при других значениях расходов воды и воздуха, заданных преподавателем.

8. Закончите эксперимент, выключив установку. Для этого:

– закройте воду с помощью вентиля  $B_1$ ;

– через 1 мин отключите подачу воздуха в аппарат, отжав кнопку пускателя газодувки;

– слейте воду из ёмкости Е с помощью вентиля В<sub>2</sub>.

### Обработка экспериментальных данных

1. Определение значения коэффициента массоотдачи в газовой фазе  $\beta_{у\text{эксп}}$  на основании данных проведённого эксперимента.

1.1. Рассчитайте относительную массовую концентрацию влаги в воздухе (кг воды/кг сухого воздуха), поступающем в колонну снизу  $\bar{Y}_H$  и выходящем из нее сверху  $\bar{Y}_B$ , по следующей формуле:

$$\bar{Y} = \frac{p}{p_6 - p} \cdot \frac{M_{\text{воды}}}{M_{\text{возд}}}, \quad (2.6)$$

где  $p$  – парциальное давление водяного пара в воздухе, которое можно найти по « $H$ – $x$ » диаграмме влажного воздуха, используя показания «мокрого» и «сухого» термометров в нижней и верхней частях колонны, Па;  $p_6$  – барометрическое (атмосферное) давление, Па;  $M_{\text{воды}}$  – молярная масса водяного пара, кг/кмоль;  $M_{\text{возд}} = 28,97$  кг/кмоль – молярная масса сухого воздуха.

1.2. Рассчитайте массовый расход сухого воздуха  $\dot{m}_{\text{сух.возд}}$ , проходящего через колонну. Для этого используйте показание дифференциального манометра на линии подачи воздуха. Расход воздуха определяется по формуле:

$$\dot{m}_{\text{сух.возд}} = \rho_{\text{возд}} \cdot \alpha_{\text{диафр}} \cdot \frac{\pi \cdot d_0^2}{4} \sqrt{2 \cdot g \cdot \Delta h_{\text{ман}} \cdot \frac{\rho_{\text{ман}} - \rho_{\text{возд}}}{\rho_{\text{возд}}}}, \quad (2.7)$$

где  $\dot{m}_{\text{сух.возд}}$  – массовый расход сухого воздуха, кг сухого воздуха/с;  $\rho_{\text{возд}}$  – плотность воздуха при температуре  $T_{\text{вх}}$ , кг/м<sup>3</sup>;  $\alpha_{\text{диафр}} = 0,62$  – коэффициент расхода диафрагмы;  $d_0$  – диаметр отверстия в диафрагме, м;  $\Delta h_{\text{ман}}$  – показания дифференциального манометра, м;  $\rho_{\text{ман}} = 1000$  кг/м<sup>3</sup> – плотность манометрической жидкости (воды).

1.3. Определите массовый расход испарившейся воды  $J_m$  по формуле (2.3).

1.4. Рассчитайте поверхность массообмена по формуле:

$$A = \varphi \cdot A_{\text{геом}}, \quad (2.8)$$

где  $\varphi = 0,8$  – коэффициент смачивания насадки;  $A_{\text{геом}} = a \cdot V$  – геометрическая площадь поверхности насадки,  $\text{м}^2$ ;  $a = 330 \text{ м}^2/\text{м}^3$  – удельная поверхность насадки,  $\text{м}^2/\text{м}^3$ ;  $V$  – объём, занятый насадкой в колонне,  $\text{м}^3$ .

1.5. Для системы вода–воздух среднюю движущую силу можно выразить через парциальные давления:

$$\Delta p_{\text{ср}} = \frac{\Delta p_{\text{н}} - \Delta p_{\text{в}}}{\ln \frac{\Delta p_{\text{н}}}{\Delta p_{\text{в}}}}, \quad (2.9)$$

где  $\Delta p_{\text{н}} = p_{\text{насн}} - p_{\text{н}}$  или  $\Delta p_{\text{н}} = p_{\text{н}} - p_{\text{насн}}$  – движущая сила процессов массоотдачи в нижней части колонны, Па;  $\Delta p_{\text{в}} = p_{\text{насв}} - p_{\text{в}}$  или  $\Delta p_{\text{в}} = p_{\text{в}} - p_{\text{насв}}$  – движущая сила процессов массоотдачи в верхней части колонны, Па;  $p_{\text{насн}}, p_{\text{насв}}$  – давления насыщенных водяных паров в нижней и верхней частях колонны, определяются по справочнику по соответствующим температурам воды (с учетом противотока), Па;  $p_{\text{н}}, p_{\text{в}}$  – парциальные давления водяного пара в воздухе соответственно в нижней и верхней частях колонны (см. п. 1.1).

1.6. Вычислите значение  $\beta'_{\text{у эксп}}$  по уравнению:

$$\beta'_{\text{у эксп}} = \frac{J_m}{\Delta p_{\text{ср}} \cdot A}, \quad (2.10)$$

где  $\beta'_{\text{у эксп}}$  – коэффициент массоотдачи в газовой фазе,  $\text{кг воды}/(\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{Па})$ .

1.7. Для сравнения с  $\beta_{\text{у расч}}$  необходимо пересчитать коэффициент массоотдачи  $\beta_{\text{у эксп}}$  в единицах измерения «м/с»:

$$\beta_{\text{у эксп}} = \beta'_{\text{у эксп}} \cdot R \cdot T_{\text{ср}}, \quad (2.11)$$

где  $R = 8314$  Дж/(кмоль·К) – универсальная газовая постоянная;

$T_{\text{ср}} = \frac{T_{\text{вх}} + T_{\text{вых}}}{2}$  – средняя температура воздуха в колонне, °С.

2. Вычислите коэффициент массоотдачи  $\beta_{y \text{ расч}}$ , используя критериальное уравнение для расчёта массоотдачи в газовой фазе в насадочных колоннах.

Так как концентрация водяных паров в воздухе мала, то физико-химические параметры влажного воздуха и сухого воздуха можно предполагать практически одинаковыми; тогда фиктивную скорость воздуха  $v_0$  можно получить из расхода сухого воздуха  $\dot{m}_{\text{сух.возд}}$ :

$$v_0 = \frac{4 \cdot \dot{m}_{\text{сух.возд}}}{\rho_{\text{возд}} \cdot \pi d_K^2}. \quad (2.12)$$

Используя фиктивную скорость, вычислите число Рейнольдса:

$$Re_y = \frac{4 \cdot v_0 \cdot \rho_y}{a \cdot \mu_y}. \quad (2.13)$$

Рассчитайте число Шмидта для воздуха:

$$Sc = \frac{\mu_y}{\rho_y \cdot D_y}, \quad (2.14)$$

где  $D_y = D_0 \cdot \frac{p_0}{p_6} \cdot \left(\frac{T_{\text{ср}}}{T_0}\right)^{\frac{3}{2}}$  – коэффициент диффузии водяных паров в воздухе,

$\text{м}^2/\text{с}$ ;  $D_0 = 2,19 \cdot 10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$  – коэффициент диффузии водяных паров в воздухе при нормальных условиях ( $p_0 = 760$  мм.рт.ст. и  $T_0 = 273,2$  К),  $\text{м}^2/\text{с}$ .

По критериальному уравнению определите число Шервуда [4]:

$$Sh = 0,407 \cdot Re_y^{0,655} \cdot \sqrt[3]{Sc}. \quad (2.15)$$

Коэффициент массоотдачи в газовой фазе определите через число Шервуда:

$$\beta_{y \text{ расч}} = Sh \frac{D_y}{d_3}, \quad (2.16)$$

где  $d_3 = \frac{4 \cdot \varepsilon}{a}$  – эквивалентный диаметр свободного пространства в насадке,

м;  $\varepsilon = 0,70 \text{ м}^2/\text{м}^3$  – порозность насадки.

Результаты расчёта (п.1 и 2) занесите в табл. 2.2.

Таблица 2.2

### Результаты расчёта

№	$p_H$	$p_B$	$\bar{Y}_H$	$\bar{Y}_B$	$\rho_{\text{возд}}$	$\dot{m}_{\text{сух.возд}}$	$J_m$	$A_{\text{геом}}$	$\mu_x$
	Па	Па	$\frac{\text{кг воды}}{\text{кг сух. возд}}$		кг/м <sup>3</sup>	кг сух.возд/с	кг воды/с	м <sup>2</sup>	Па·с
1									
2									
3									

№	$S$	$\dot{V}_x$	$Re_x$	$A$	$p_{\text{нас н}}$	$p_{\text{нас в}}$	$\Delta p_{\text{ср}}$	$\beta'_{\text{у эксп}}$	$\beta_{\text{у эксп}}$
	м <sup>2</sup>	м <sup>3</sup> /с		м <sup>2</sup>	Па	Па	Па	$\frac{\text{кг воды}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{Па}}$	м/с
1									
2									
3									

№	$D_y$	$v_o$	$\rho_y$	$\mu_y$	$d_3$	$Re_y$	$Sc$	$Sh$	$\beta_{\text{у расч}}$
	м <sup>2</sup> /с	м/с	кг/м <sup>3</sup>	Па·с	м				м/с
1									
2									
3									

3. Сравните полученные коэффициенты массоотдачи  $\beta_{\text{у эксп}}$  и  $\beta_{\text{у расч}}$ , и сделайте выводы по работе.

### Контрольные вопросы

1. Приведите основное уравнение массопередачи. Назовите входящие в него величины и их размерность. Какую величину находят обычно из этого уравнения?
2. Как определяется движущая сила в процессах абсорбции и десорбции в единицах концентраций и давлений?
3. Что называется коэффициентом массоотдачи? Его размерность, движу-

щая сила массоотдачи.

4. Какие параметры изменяются в процессе абсорбции, а какие остаются неизменными?

5. Как рабочие параметры влияют на скорость процессов абсорбции и десорбции?

6. Приведите уравнение аддитивности диффузионных сопротивлений. Как рассчитать диффузионное сопротивление в жидкой и газовой фазах? В каком случае общее сопротивление массообмену определяется сопротивлением только в одной фазе?

7. Характеристики насадки. Какие требования предъявляют к насадке?

8. « $H-x$ » диаграмма влажного воздуха. Дайте определение влагосодержанию воздуха. Как определить парциальное давление и влагосодержание по температурам «сухого» и «смоченного» термометров?

9. Из чего складывается гидравлическое сопротивление насадочной колонны?

10. Конструкция насадочной колонны. Устройство распределительной тарелки.



## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3

### РАЗДЕЛЕНИЕ ПРОСТОЙ ПЕРЕГОНКОЙ БИНАРНОЙ СМЕСИ ИЗОПРОПАНОЛ – ВОДА

Простая перегонка представляет собой процесс обогащения бинарной жидкости легколетучим компонентом за счёт её частичного испарения с последующей конденсацией пара. При кипении бинарного раствора уходящий пар богаче низкокипящим (легколетучим) компонентом (НК), в то время как остающаяся жидкость обогащается высококипящим (труднолетучим) компонентом (ВК). Образующийся из пара конденсат называют дистиллятом, а оставшуюся в сосуде жидкость – кубовым остатком. Таким образом, метод простой перегонки основан на использовании различной летучести компонентов бинарного раствора.

Важным понятием для оценки возможности разделения является относительная летучесть. Летучесть компонента раствора  $v$ , определяется как отношение давления пара компонента к его концентрации в жидкости. Если обозначить НК через А, ВК через В, а концентрации компонента в растворе и паровой фазе  $x$  и  $y$  соответственно, то летучести компонентов раствора равны

$$v_A = \frac{p_A}{x_A}, \quad v_B = \frac{p_B}{x_B}, \quad (3.1)$$

где  $p_A$  и  $p_B$  – давление пара компонентов А и В соответственно,  $x_A$  и  $x_B$  – концентрации компонентов А и В в растворе.

Для чистого вещества  $x = 1$ , и поэтому его летучесть равна давлению насыщенного пара. Относительная летучесть  $\alpha$ , определяется как:

$$\alpha = \frac{v_A}{v_B} = \frac{p_A \cdot x_B}{p_B \cdot x_A}. \quad (3.2)$$

Для раствора, подчиняющемся закону Рауля, уравнение (3.2) приобретает вид:

$$\alpha = \frac{p_A^0}{p_B^0}, \quad (3.3)$$

где  $p^0$  – давление насыщенного пара компонента, поэтому относительная летучесть равна отношению давлений насыщенного пара компонентов раствора.

Чем больше относительная летучесть, тем более эффективным является метод простой перегонки для разделения бинарной смеси.

Если  $x$  и  $y$  – концентрации НК в жидкости и паре соответственно, то концентрации ВК будут  $1-x$  и  $1-y$ . Поэтому в дальнейшем будем использовать обозначения концентрации НК без индекса. С использованием этих обозначений уравнение (3.2) можно записать в виде

$$\alpha = \frac{y \cdot (1-x)}{x \cdot (1-y)}, \quad (3.4)$$

или, решив это уравнение относительно  $y$ ,

$$y = \frac{\alpha \cdot x}{1 + (\alpha - 1) \cdot x}. \quad (3.5)$$

Уравнение (3.5) можно использовать для построения диаграммы  $y-x$ , когда разность температур кипения компонентов невелика и относительная летучесть остаётся приблизительно постоянной. Оно позволяет, приняв усреднённое значение  $\alpha$ , построить диаграмму  $y-x$ .

При простой перегонке по мере уменьшения количества жидкости в кубе концентрация НК в кубовой жидкости и дистилляте изменяется. Уравнение, описывающее изменение концентраций при изменении количества жидкости в кубе, можно получить на основе рассмотрения баланса по НК.

Если в какой-то момент времени количество жидкости в кубе равно  $L$ , а концентрация НК  $x$ , то количество его в кубе равно  $Lx$ . Пусть за небольшой промежуток времени  $dt$  количество испарившейся из куба жидкости равно  $dL$ , а концентрация НК изменится на величину  $dx$ . Тогда количество НК в кубе будет равно  $(L-dL) \cdot (x-dx)$  и его убыль составит  $Lx - (L-dL) \cdot (x-dx)$ . Будем считать, что пар имеет состав, равновесный составу жидкости, концентрацию НК в котором обозначим  $y^*$ . Количество НК, перешедшее в пар, равно  $y^* dL$ . Уравнение баланса примет вид:

$$y^* dL = L \cdot x - (L - dL) \cdot (x - dx). \quad (3.6)$$

Раскрыв скобки и, опустив произведение дифференциалов в силу второго порядка малости, получим:

$$\frac{dL}{L} = \frac{dx}{y^* - x}. \quad (3.7)$$

Если в начальный и конечный момент времени количество жидкости в кубе равно  $F$  и  $W$ , а концентрации летучего компонента  $x_F$  и  $x_W$  соответственно, то, интегрируя функцию  $\frac{1}{y^* - x}$  в пределах от конечного к начальному, получим уравнение, которое часто называют уравнением простой перегонки:

$$\ln \frac{F}{W} = \int_{x_W}^{x_F} \frac{dx}{y^* - x}. \quad (3.8)$$

Это уравнение позволяет установить соотношение между количеством жидкости в кубовом остатке и концентрацией в нём НК. Уравнения для расчёта количества и среднего состава дистиллята можно получить на основе уравнений материального баланса по суммарному количеству вещества и суммарному количеству НК, которые имеют вид:

$$\begin{cases} F = W + P \\ F \cdot x_F = W \cdot x_W + P \cdot x_{\text{Pcp}}, \end{cases} \quad (3.9)$$

где  $P$  и  $x_{\text{Pcp}}$  – количество дистиллята и средняя концентрация в нём НК соответственно.

В соответствии с уравнением (3.9)  $P = F - W$  и тогда выражение для расчёта средней концентрации НК в дистилляте примет вид:

$$x_{\text{Pcp}} = \frac{F \cdot x_F - W \cdot x_W}{F - W}. \quad (3.10)$$

Уравнение (3.10) содержит величину  $W$ , которая связана с величиной  $x_W$  (см. уравнение (3.8)). Таким образом, уравнения (3.8), (3.9) и (3.10)

по заданным величинам  $F$ ,  $x_F$  и  $x_W$  позволяют определить три оставшиеся величины  $W$ ,  $P$  и  $x_{\text{Pcp}}$ .

Если интеграл в уравнении (3.8) обозначить буквой  $S$ , то

$$\ln \frac{F}{W} = S \text{ и } F = W \cdot e^S.$$

Подставив это выражение в формулу (3.10), получим окончательное выражение для расчета средней концентрации НК в дистилляте:

$$x_{\text{Pcp}} = \frac{W \cdot e^S \cdot x_F - W \cdot x_W}{W \cdot e^S - W} = \frac{x_F \cdot e^S - x_W}{e^S - 1}. \quad (3.11)$$

Если известна не величина  $x_W$ , а количество кубового остатка  $W$ , то для определения неизвестной величины  $x_W$  проводят расчет по уравнению (3.8) для набора значений  $x_W$  и получают зависимость между величинами  $W$  и  $x_W$ , по которой и находят значение  $x_W$  для заданного значения  $W$ .

С использованием величины  $S$  уравнение (3.9) для определения количества дистиллята  $P$  примет вид:

$$P = F - W = F - F \cdot e^{-S} = F \cdot (1 - e^{-S}). \quad (3.12)$$

**Цель работы:** разделение бинарной жидкой смеси изопропанол–вода методом простой перегонки, экспериментальное определение количества и состава дистиллята, сравнение экспериментальных значений с теоретически рассчитанными величинами.

### Описание установки

Схема лабораторной установки изображена на рис. 3.1

Основными элементами установки являются куб-кипятильник К, в котором находится разделяемая смесь жидкостей, холодильник-конденсатор паров жидкости ХК и сборник дистиллята СД. Для обеспечения кипения жидкости куб снабжён трубчатым электронагревателем ТЭН и отградуированной шкалой на поверхности сосуда для определения объёма содержащейся в нём жидкости. Температура кипения жидкости измеряется термометром. Образующиеся при кипении жидкости пары поступают в холодильник–конденсатор ХК по паропроводу ПР.

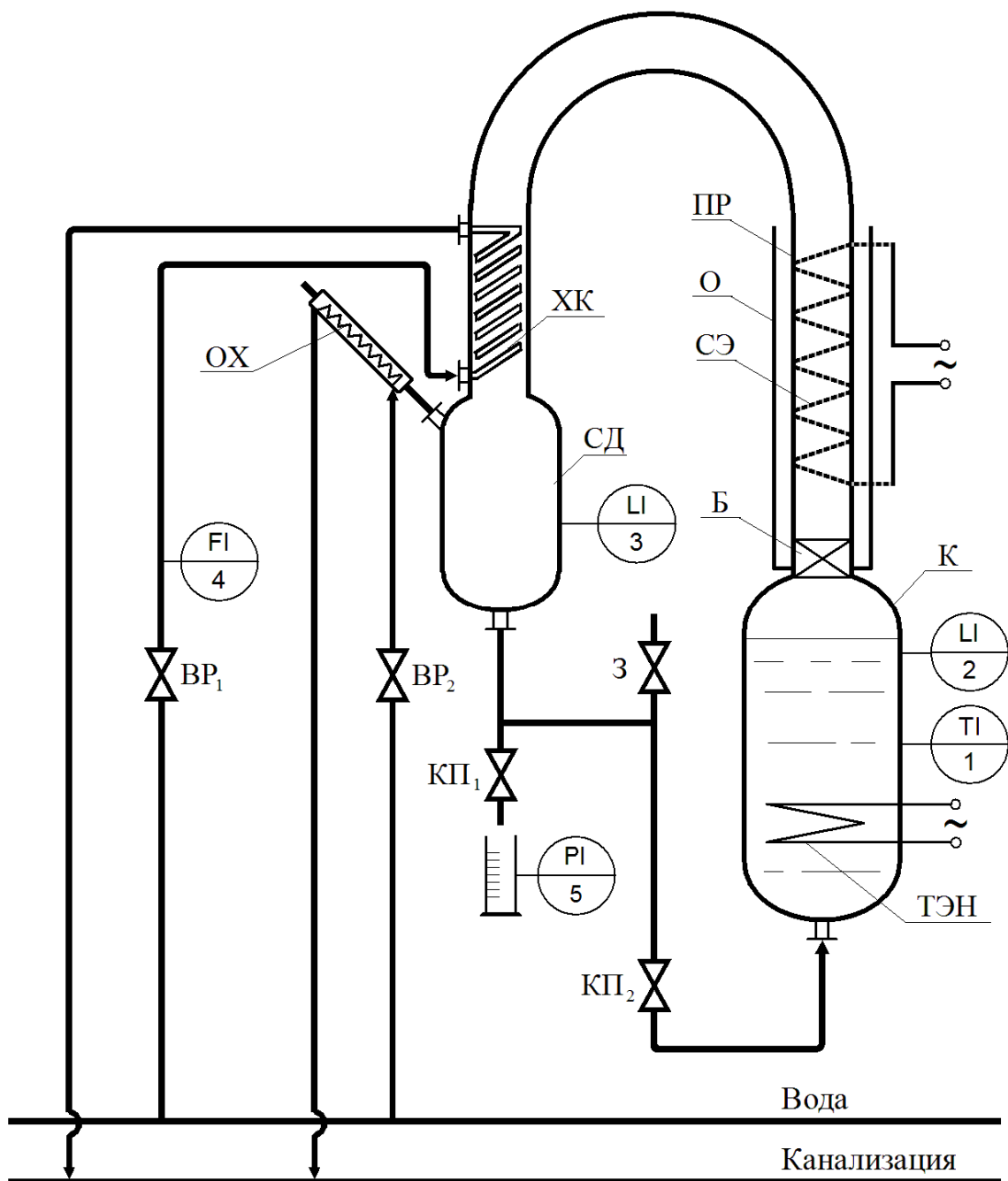


Рис. 3.1. Схема лабораторной установки

В нижней части паропровода расположен брызгоотбойник Б для предотвращения уноса с паром капель жидкости. Для минимизации конденсации пара в паропроводе на его стенках расположен спиральный нагреватель СЭ, напряжение на котором регулируется лабораторным автотрансформатором. Паропровод ПР защищён стеклянной обечайкой О.

Образующийся в конденсаторе ХК дистиллят стекает в сборник дис-

тиллята СД, соединённый с атмосферой обратным холодильником ОХ для предотвращения испарения дистиллята. На поверхность сборника нанесена отградуированная шкала для определения объёма содержащейся в нём жидкости.

Отбор проб дистиллята производится при открывании пробкового крана КП<sub>1</sub>. Возврат жидкости из сборника СД в куб-кипятильник К осуществляется открыванием крана КП<sub>2</sub> при закрытом кране КП<sub>1</sub>. Возврат отборных проб дистиллята производится через заглушку (пробку) 3 при открытом кране КП<sub>2</sub> и закрытом кране КП<sub>1</sub>.

### Методика выполнения работы

Перед включением установки в работу убедиться, что кран КП<sub>1</sub> на линии отбора проб полностью закрыт, а кран КП<sub>2</sub> на линии возврата дистиллята из сборника в куб-кипятильник полностью открыт. Выполнение работы производится в следующем порядке.

1. По нанесённой на поверхности куба-кипятильника отградуированной шкале определить объём находящейся в нём исходной смеси  $V_F$ .

2. Полностью открыть вентиль ВР<sub>1</sub> на линии подачи воды в холодильник-конденсатор ХК и приоткрыть на 1/3 всех оборотов маховика вентиль ВР<sub>2</sub> на линии подачи воды в обратный холодильник ОХ.

3. Включить тумблер подачи электропитания на спиральный нагреватель СЭ. Включить электропитание ТЭНа куба-кипятильника. После того как находящаяся в кубе жидкость закипит, выждать 10 – 15 мин, в течение которых устанавливается стационарный режим разделения и прекращается стекание капель конденсата по стенкам паропровода ПР в куб-кипятильник К.

4. Закрыть кран КР<sub>2</sub> на линии возврата дистиллята из сборника в куб-кипятильник. Этот момент времени считается началом перегонки. В этот момент времени зафиксировать температуру кипения смеси  $T_F$ .

5. По истечении заданного времени перегонки выключить подачу электропитания на ТЭН куба-кипятильника и зафиксировать в этот момент времени температуру кипения смеси  $T_W$ . Отключить электропитание спирального нагревателя.

6. Через 20 – 30 мин, в течение которых дистиллят в сборнике охла-

дится до комнатной температуры, измерить объём дистиллята  $V_p$  в сборнике СД и произвести отбор пробы для определения его состава. Для этого, открыв кран КП<sub>1</sub>, слить в подготовленный химический стакан ёмкостью 100 мл не менее 50 мл дистиллята, после чего кран КП<sub>1</sub> закрыть. Стакан накрыть листом бумаги во избежание испарения изопропанола.

Для экспериментального определения содержания изопропанола в дистилляте налить нужное количество пробы в цилиндр, определить с помощью ареометра плотность пробы или определить показатель преломления  $n_D^{20}$  измерением на рефрактометре.

7. Слить дистиллят из сборника в куб-кипятильник, открыв для этого кран КП<sub>2</sub>.

8. Возвратить в установку отобранные пробы дистиллята. Для этого открыть заглушку (пробку) 3 и слить их через воронку.

9. Отключить подачу охлаждающей воды в холодильничек-конденсатор и обратный холодильник, закрыв вентили ВР<sub>1</sub> и ВР<sub>2</sub>.

Таблица. 3.1

### Экспериментальные и расчётные величины

Исходная смесь					
$V_F,$ л	$T_F,$ °C	$x_F,$ мол. доли	$\bar{x}_F,$ масс. доли	$n_F,$ кмоль	$m_F,$ кг

Кубовый остаток		
$T_W,$ °C	$x_W,$ мол. доли	$\bar{x}_W,$ масс. доли

Дистиллят (средний состав)					
$\rho_p,$ кг/м <sup>3</sup>	$n_D^{20}$	$x_p^{\text{эксп}},$ мол. доли	$\bar{x}_p^{\text{эксп}},$ масс. доли	$x_p^{\text{расч}},$ мол. доли	$\bar{x}_p^{\text{расч}},$ масс. доли

## Обработка экспериментальных данных

1. Рассчитайте количества вещества, обозначенные буквами  $F$ ,  $W$  и  $P$ . Количество вещества выражается числом молей  $n$ , которое может быть рассчитано по формуле:

$$n = \frac{\rho \cdot V}{M}, \quad (3.13)$$

где  $\rho$  – плотность системы;  $V$  – объём системы, равный  $V_F$ ,  $V_W$  и  $V_P$  для величин  $F$ ,  $W$  и  $P$  соответственно;  $n_F$ ,  $n_W$  и  $n_P$  – соответствующие числа молей,  $M$  – молярная масса смеси.

Молярная масса бинарной смеси компонентов НК и ВК выражается формулой:

$$M = M_{\text{НК}} \cdot x + M_{\text{ВК}} \cdot (1 - x), \quad (3.14)$$

где  $M_{\text{НК}}$  и  $M_{\text{ВК}}$  – молярные массы компонентов НК и ВК соответственно.

При расчёте по уравнению (3.14) молярной массы исследуемой системы НК – изопропанол, имеющий молярную массу 60,1 кг/кмоль, ВК – вода, молярная масса которой равна 18,0 кг/кмоль.

Плотность  $\rho$  (кг/м<sup>3</sup>) водных растворов изопропанола при комнатной температуре может быть рассчитана по формуле:

$$\rho = \frac{1}{\frac{\bar{x}}{\rho_{\text{НК}}} + \frac{1 - \bar{x}}{\rho_{\text{ВК}}}}. \quad (3.15)$$

2. Определите мольные доли изопропанола в исходной смеси  $x_F$  и кубовом остатке  $x_W$ . Для этого по равновесным данным (приложение 1) постройте график зависимости мольной доли низкокипящего компонента от температуры кипения жидкости и для измеренных температур кипения  $T_F$  и  $T_W$  определите искомые концентрации. Пересчитайте мольные доли  $x_F$  и  $x_W$  в массовые  $\bar{x}_F$  и  $\bar{x}_W$  и определите по ним плотность исходной смеси  $\rho_F$  и кубового остатка  $\rho_W$ , используя формулу (3.15).

3. Определите экспериментальное значение мольной доли изопропа-



нола в дистилляте. Для этого используйте экспериментальное значение плотности дистиллята, по которой найдите массовую долю изопропанола в нём, определив  $\bar{x}_p^{\text{эксп}}$  по графику, построенному по данным Приложения 2.

Рассчитайте по массовой доле  $\bar{x}_p^{\text{эксп}}$  мольную долю  $x_p^{\text{эксп}}$ . При определении показателя преломления дистиллята  $n_p^{20}$  (который для водных растворов изопропанола линейно зависит от логарифма его концентрации) используйте следующее уравнение:

$$x = \exp(71,8504 \cdot n_p^{20} - 99,7753). \quad (3.16)$$

Уравнение (3.16) позволяет по измеренному значению показателя преломления дистиллята  $n_p^{20}$  определить мольную долю изопропанола  $x_p$ .

4. Рассчитайте теоретическую концентрацию изопропанола в дистилляте  $x_p^{\text{расч}}$ . Для этого необходимо использовать формулу (3.11) в которой через  $S$  обозначен интеграл:

$$S = \int_{x_W}^{x_F} \frac{dx}{y^* - x}. \quad (3.17)$$

Для вычисления этого интеграла необходимо предварительно вычислить значения интегрируемой функции  $f = (y^* - x)^{-1}$  при различных значениях  $x$ , используя данные таблицы равновесных составов (Приложение 1). Подготовленную числовую информацию внести в табл. 3.2.

Таблица 3.2

### Определение численного значения интеграла

№ п/п	$x$ , $\frac{\text{кмоль}}{\text{кмоль}}$	$y^*$ , $\frac{\text{кмоль}}{\text{кмоль}}$	$(y^* - x)$ , $\frac{\text{кмоль}}{\text{кмоль}}$	$f = \frac{1}{y^* - x}$
1	$[x_W]$			
2				
...				
$k - 1$				
$k$	$[x_F]$			

Величина интеграла  $S$  может быть определена по какой-либо квадратурной формуле. Наиболее подходящей для данного случая является формула трапеций. Следует заметить, что в данном случае стандартная формула трапеций применима для интервала значений от  $x_2$  до  $x_{k-1}$ , так как интервалы  $\Delta x$  ( $x_2 - x_1$ ) и ( $x_{k-1} - x_k$ ) отличаются от остальных и к ним формула трапеций должна применяться отдельно. С учётом вкладов в интеграл от этих интервалов суммарная формула трапеций примет вид:

$$S = \frac{f_1 + f_2}{2} \cdot (x_2 - x_1) + \Delta x \cdot \left( \frac{f_2}{2} + f_3 + \dots + f_{k-2} \right) + \frac{f_{k-1} + f_k}{2} \cdot (x_k - x_{k-1}). \quad (3.18)$$

При использовании методов численного интегрирования для получения результата с приемлемой точностью необходимо принимать величину  $\Delta x$  малой в тех областях  $x$ , в которых интегрируемая функция быстро изменяется, и увеличивать её в областях, в которых изменения интегрируемой функции невелики. Интегрируемая функция  $f$  быстро изменяется в интервале концентраций жидкой фазы  $x = 0 - 0,04$ , а при больших значениях концентрации изменяется незначительно. Поэтому при вычислении второго слагаемого интеграла в области концентраций  $x \leq 0,04$  принять  $\Delta x = 0,002$  моль/моль, а при значениях  $x \geq 0,04$  принять  $\Delta x = 0,005$  моль/моль.

Наиболее просто вычисление интеграла выполнить с помощью программы *Excel*.

5. Рассчитать теоретическое количество получаемого дистиллята  $n_{p, \text{расч}}$ . Для этого воспользоваться формулой (3.12), которую (после того как величина исходного количества молей жидкости  $n_F$  определена) можно записать в виде:

$$n_p = n_F \cdot (1 - e^{-S}). \quad (3.19)$$

При расчёте использовать величину  $S$ , полученную при расчёте величины  $x_p^{\text{расч}}$ .

Рассчитанные и измеренные величины занести в табл. 3.1

Проанализировать количество и состав кубового остатка и дистиллята, полученные экспериментально и рассчитанные теоретически и сделать

выводы по работе.

### Контрольные вопросы

1. В чём сущность и какова физическая основа простой перегонки? Что такое фракционная перегонка?
2. Почему при простой перегонке невозможно достичь полного разделения НК и ВК?
3. Получите уравнение простой перегонки. Почему это уравнение, наряду с уравнениями баланса по всему веществу и баланса по НК, применяется для расчёта процесса?
4. Какие основные элементы содержит любая установка простой перегонки?
5. Сопоставьте схемы установки простой перегонки и расположенной рядом установки периодической ректификации. В чём их принципиальное отличие и как это влияет на процесс разделения?
6. Как изменится состав дистиллята, если не включить электропитание спирального нагревателя стенок паропровода?
7. Какова последовательность пуска и выведения на стационарный режим работы установки простой перегонки?
8. Перечислите показания тех контрольно – измерительных приборов, которые необходимы для расчёта среднего состава дистиллята.
9. Какие методы экспериментального определения среднего состава дистиллята могут использоваться в данной работе? В чём достоинства и недостатки каждого из них?
10. Как изменяется во времени состав пара, поднимающегося по паропроводу из куба, и состав жидкости, конденсирующейся из этого пара? Изобразите эти изменения на диаграмме  $y - x$  и свяжите их со средним составом дистиллята.

## Приложение 1

Таблица 4.1

**Данные по равновесию между жидкостью и паром для смеси изопропанол-вода при нормальном атмосферном давлении**

$x$ , мол.%	$y$ , мол.%	$T$ °C
0	0	100
1,15	16,3	95,2
3,65	36,5	88
5,70	45,6	84,6
10,0	50,1	82,7
16,6	52,1	82
24,5	53,9	81,6
29,8	55,1	81,3
44,6	59,2	80,7
55,9	62,5	80,3
69,5	69,1	80,1
87,2	83,4	80,7
100	100	82,2

## Приложение 2

Таблица 4.2

**Плотность водных растворов изопропанола при 20 °C**

$\bar{x}_{\text{масс}} \%$	1	2	3	4	5	10	20	50	70	100
$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	997	995	994	992	990	984	971	910	863	799

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4

### ПРОСТАЯ ПЕРЕГОНКА БИНАРНОЙ СМЕСИ ВОДА – ЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

Перегонкой называется процесс частичного испарения жидкого раствора различных по летучести компонентов с последующей конденсацией паров. Составы жидкой и паровой фаз, образующихся при частичном испарении разделяемой смеси, заметно различаются, что обеспечивает возможность их лёгкого самопроизвольного отделения друг от друга, но при этом все компоненты оказываются представленными в обеих разделившихся фазах. Невозможность выделения достаточного количества компонентов в практически чистом виде ограничивает область практического применения простой перегонки. В промышленности перегонка применяется лишь для разделения смесей, летучести компонентов которых существенно различны. В технологии переработки нефти простая перегонка используется для определения фракционного состава и пределов выкипания лёгких нефтепродуктов.

Перегонку можно вести тремя способами: однократным, многократным и постепенным. При однократной перегонке образовавшаяся в ходе процесса паровая фаза остаётся в контакте с исходной фазой до наступления полного равновесия в системе. Многократная перегонка состоит в последовательном повторении процесса перегонки исходной фазы с одновременным удалением из системы паровой фазы, образующейся в каждом однократном акте. Постепенная перегонка, иначе называемая простой перегонкой, состоит в том, что образовавшаяся в ходе выкипания паровая фаза немедленно удаляется из системы в самый момент её образования.

В технологии переработки нефти часто применяют непрерывный процесс однократной перегонки, схема которого представлена на рис. 4.1.

Сырьё с постоянным расходом  $\dot{m}_F$  поступает в нагреватель 1, где подвергается однократному испарению путём подведения теплового потока  $\dot{Q}_T$ . Равновесные паровая  $\dot{m}_p$  и жидкая  $\dot{m}_w$  фазы подвергаются разделению в сепараторе 2. Этот процесс может быть проведён адиабатически (рис. 4.2).

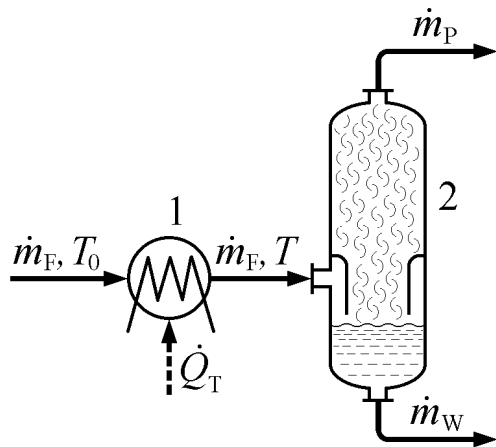


Рис. 4.1. Схема непрерывной однократной перегонки: 1 – нагреватель, 2 – сепаратор

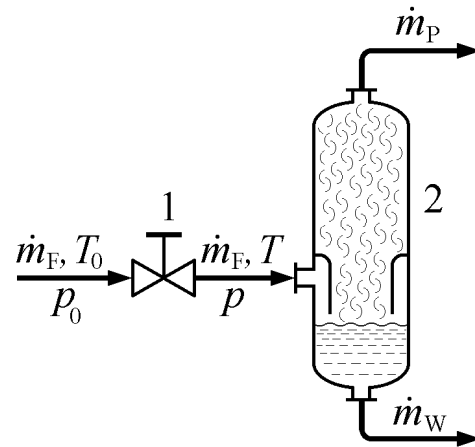


Рис. 4.2. Схема непрерывной однократной перегонки в адиабатическом процессе: 1 – дроссельное устройство, 2 – сепаратор

Исходное сырьё постоянного расхода  $\dot{m}_F$  при температуре  $T_0$ , давлении  $p_0$ , обеспечивающих его жидкое состояние при прохождении через дроссель 1, подвергается резкому снижению давления, в результате чего сырьё переходит в паровую фазу и система приобретает новые значения температуры  $T$  и давления  $p$ . Разделение равновесных фаз происходит в сепараторе 2. Поскольку теплота парообразования отдаётся самой системой, температура разделившихся фаз ниже температуры поступающего сырья.

В лабораторной практике чаще представлена постепенная периодическая перегонка. Для вывода количественных соотношений, описывающих ход процесса однократной перегонки, используется метод составления материальных и тепловых балансов. В основе метода лежит бесспорное положение о том, что после изменения фазового состояния количество вещества в системе остаётся тем же, что и до процесса, меняется лишь его распределение между фазами, а количество энергии изменяется на величину подведённой теплоты.

Общий материальный баланс перегонки бинарных смесей представляют системой из двух уравнений, первое из которых даёт баланс по всей системе (4.1), а второе по низкокипящему компоненту (НК) (4.2). Если в результате процесса перегонки из  $m_F$  исходной смеси образовалось  $m_P$  дистиллята и  $m_W$  кубового остатка, то

$$m_F = m_P + m_W. \quad (4.1)$$

Поскольку количество обоих компонентов до и после процесса остается неизменным, а меняется лишь их распределение между фазами, то уравнение материального баланса по НК имеет вид:

$$m_F \cdot \bar{x}_F = m_P \cdot \bar{x}_P + m_W \cdot \bar{x}_W, \quad (4.2)$$

где  $\bar{x}_F$ ,  $\bar{x}_P$ ,  $\bar{x}_W$  – массовые доли НК в исходной смеси, отгоне (дистилляте) и кубовом остатке соответственно.

Для определения количества теплоты  $Q_T$  (кДж), идущей на проведение изобарного процесса однократной перегонки, составляется уравнение теплового баланса, основанное на том, что сумма энтальпии исходной системы  $H_F$  (кДж) и подведённой теплоты должна равняться сумме энтальпий конечных продуктов, т.е. энтальпии отгона дистиллята  $H_P$  и энтальпии кубового остатка  $H_W$ :

$$H_F + Q_T = H_P + H_W. \quad (4.3)$$

Интеграл в уравнении простой перегонки берут подходящим численным методом (рис. 4.3):

$$\ln \frac{n_F}{n_W} = \int_{x_W}^{x_F} \frac{1}{y^* - x} dx, \quad (4.4)$$

где  $n_F$ ,  $x_F$  – мольное количество исходной смеси и её состав по НК в мольных долях соответственно;  $n_W$ ,  $x_W$  – мольное количество и состав кубовой жидкости по НК в мольных долях;  $x$ ,  $y^*$  – равновесные концентрации НК в жидкости и паре соответственно, определяемые на основании фазовой диаграммы кипения.

Вывод уравнения (4.4) см. в лабораторной работе 3. Искомая величина в соотношении (4.4) – количество кубовой жидкости  $n_W$ .

Средний состав дистиллята  $x_P$  (кмоль  $H_2O$ /кмоль смеси) определяется по уравнению материального баланса по НК (воде):

$$x_P^{\text{расч.}} = \frac{n_F \cdot x_F - n_W \cdot x_W}{n_P}. \quad (4.5)$$

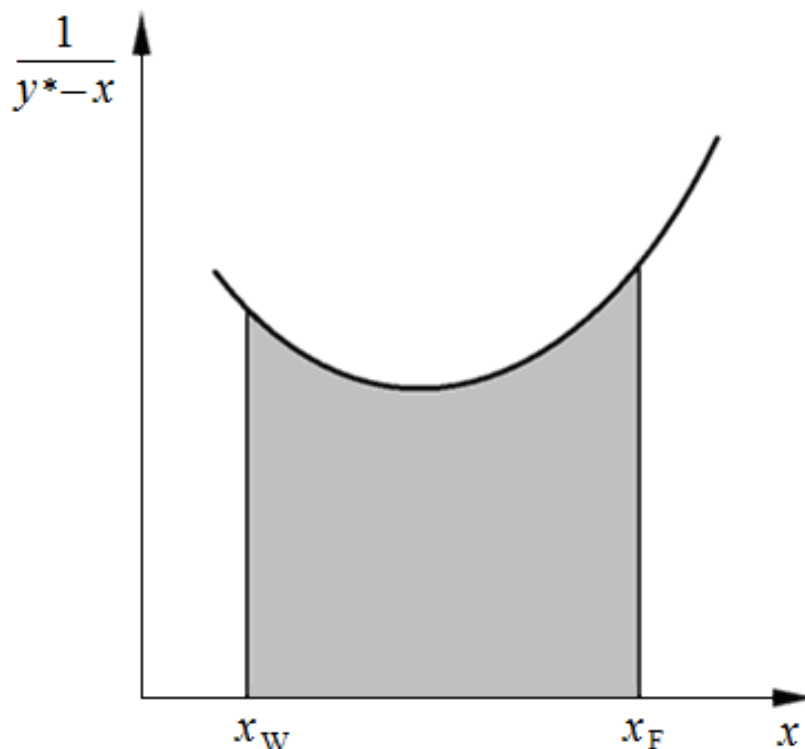


Рис. 4.3. Графическая интерпретация интеграла в уравнении (4.4)

**Цель работы:** практическое ознакомление с устройством и принципом работы установки простой перегонки на примере разделения жидкой бинарной смеси вода – этиленгликоль; сравнение экспериментально полученных значений количества и качества (состава) дистиллята с величинами, рассчитанными теоретически; определение количества подведённой к системе теплоты, необходимой для разделения бинарной смеси.

### Описание установки

Принципиальная схема лабораторной установки представлена на рис. 4.4. Все части установки изготовлены из термостойкого стекла марки Rasoterm (Германия).

Исходная смесь низкокипящего компонента (воды) и высококипящего компонента (этиленгликоля) с содержанием 22 – 43 мольных % воды, что соответствует температуре кипения 124 – 112 °С, загружена в куб кипятивник К, где доводится до кипения с помощью электронагревателя ТЭН.



Образующиеся в кубе – кипятильнике К пары направляются через паропровод ПР в холодильник-конденсатор пара ХК, охлаждаемый водой. Образующийся конденсат поступает в сборник дистиллята СД, соединённый с атмосферой обратным холодильником ОХ. Открытием пробкового крана КП<sub>1</sub> конденсат направляется на отбор пробы. Открытием крана КП<sub>2</sub> конденсат возвращается в куб-кипятильник К. Возврат пробы в сборник дистиллята осуществляется через обратный холодильник.

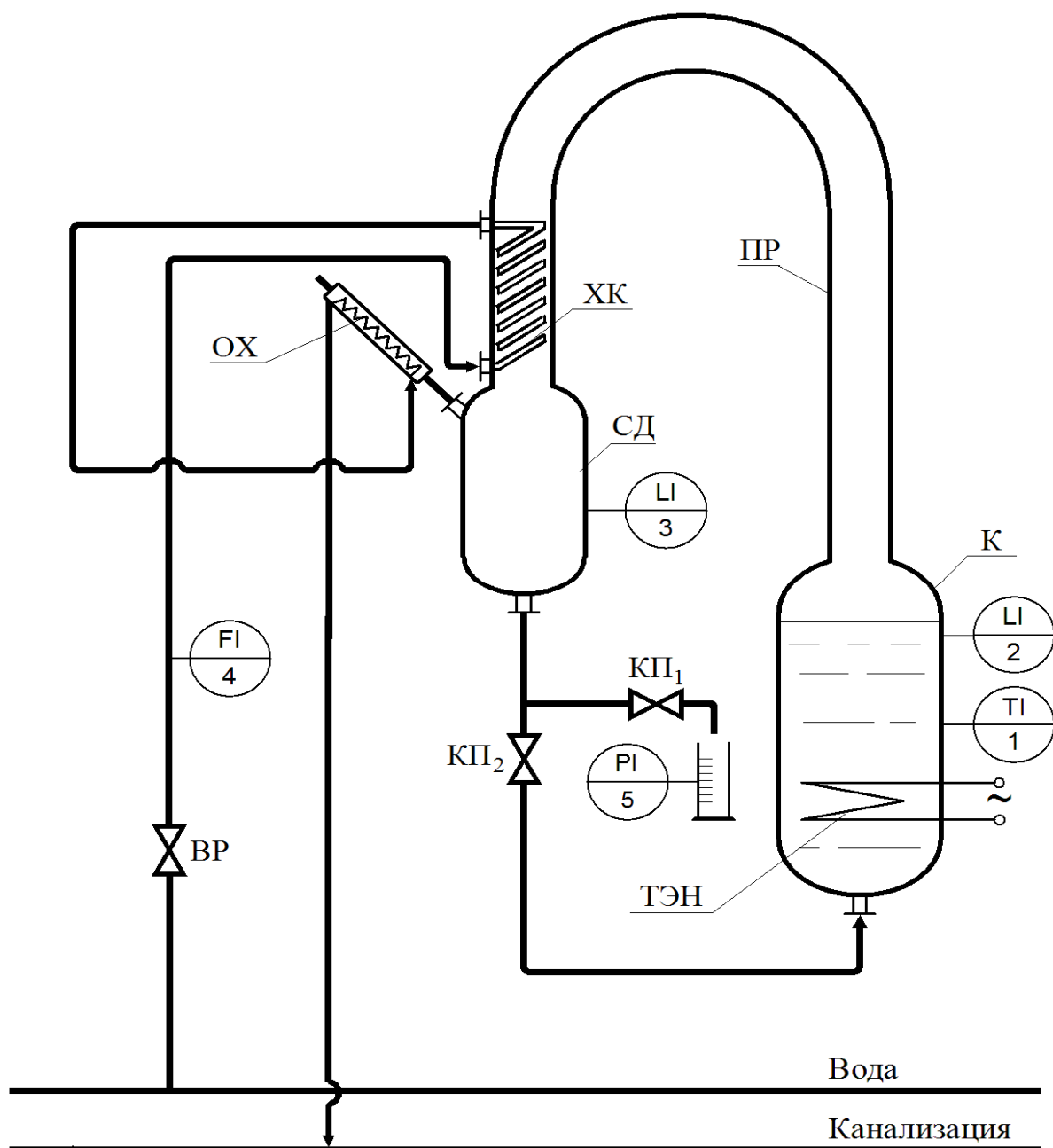


Рис. 4.4. Принципиальная схема лабораторной установки [5]

### *Характеристики основного оборудования лабораторной установки*

К – куб-кипятильник – градуированная ёмкость объёмом 10 л;

ТЭН – электронагреватель;

ПР – паропровод – голая цилиндрическая колонна диаметром 150 мм и высотой 1200 мм;

ХК – холодильник-конденсатор пара змеевикового типа с площадью поверхности теплообмена 0,2 м<sup>2</sup>;

СД – сборник дистиллята – градуированная ёмкость объёмом 10 л;

ОХ – обратный холодильник змеевикового типа с площадью поверхности теплообмена 0,02 м<sup>2</sup>;

КП<sub>1</sub>, КП<sub>2</sub> – краны пробковые; ВР – вентиль регулировочный.

### *Контрольно-измерительные приборы (КИП)*

Т1 1 – стеклянный термометр, предназначен для определения температуры кипения жидкости в кубе-кипятильнике;

Л1 2, Л1 3 – уровнемеры (градуировочные метки) для определения объёма жидкости в кубе-кипятильнике К и сборнике дистиллята СД;

Р1 4 – ротаметр на линии охлаждающей воды, подающейся в холодильник-конденсатор ХК и обратный холодильник ОХ;

Р1 5 – пробоотборник (градуированный стеклянный стакан) для отбора конденсата на анализ содержания НК.

### **Методика выполнения работы**

Приступайте к выполнению лабораторной работы только после детального ознакомления с устройством и принципом работы установки, беседы с преподавателем и получения допуска к выполнению работы.

Последовательность проведения эксперимента следующая:

1. Полностью закройте кран КП<sub>1</sub> на линии отбора пробы, а кран КП<sub>2</sub> на линии возврата дистиллята полностью откройте. Перед включением установки убедитесь, что спираль электронагревателя ТЭН погружена в разделяемую смесь, находящуюся в кубе-кипятильнике К. Не допускайте включение установки, если спираль электронагревателя не погружена в

жидкость. Замерьте объём исходной жидкости  $V_F$  (л) по градуировочной метке (поз. 2) на ёмкости (кубе-кипятильнике К).

2. Откройте вентиль ВР на линии подачи воды в холодильник-конденсатор ХК и обратный холодильник ОХ. Степень открытия вентиля ВР должна соответствовать не менее 80 делениям шкалы ротаметра (поз. 4).

3. Включите тумблер подачи электропитания ТЭН.

4. После того как жидкость в кубе К закипит, обеспечьте прогрев установки в течение 5–10 мин, чтобы исключить дефлегмацию в паропроводе ПР вследствие контакта паров с холодными стенками паропровода.

По истечении 10–15 мин убедитесь, что процесс разделения находится в стационарном режиме, характеризующемся постоянным значением температуры кипения смеси в кубе – кипятильнике  $T_F$ , измеряемой термометром (поз. 1). Занесите её значение в лабораторный журнал.

5. Закройте кран КП<sub>2</sub> на линии, соединяющей сборник дистиллята СД с кубом – кипятильником К и зафиксируйте этот момент времени как начало отбора пробы дистиллята.

6. По истечении заданного преподавателем времени отбора дистиллята (или при отборе указанного преподавателем объёма дистиллята) измерьте температуру кипения кубового остатка  $T_W$  по показаниям термометра (поз. 1). После замера температуры незамедлительно отключите электропитание электронагревателя ТЭН. Зафиксируйте объём дистиллята по градуировочной метке (поз. 3) на сборнике дистиллята СД.

Таким образом, временем перегонки является интервал между закрытием крана КП<sub>2</sub> и отключением электронагревателя.

7. Через 10 мин после отключения электронагревателя дистиллят охладится до комнатной температуры. Отберите пробу дистиллята в заранее подготовленный химический стакан через кран КП<sub>1</sub>.

8. Содержание низкокипящего компонента (воды) определите с помощью ареометра или по показателю преломления  $n_D^{20}$ , измеренному рефрактометром. Данные по зависимости плотности и показателя преломления от состава приведены в приложениях 1 и 2.

9. После завершения опыта слейте дистиллят в куб-кипятильник К,

открыв вентиль КП<sub>2</sub>. Верните пробу дистиллята в сборник дистиллята СД через обратный холодильник ОХ.

10. Отключите подачу воды в холодильник-конденсатор ХК и обратный холодильник ОХ, закрыв вентиль ВР.

11. Приведите в порядок рабочее место.

12. Результаты эксперимента занесите в табл. 4.1.

Таблица. 4.1

### Экспериментальные и расчётные величины

Исходная смесь					
$V_F$ , л	$T_F$ , °С	$x_F$ , МОЛ. ДОЛИ	$\bar{x}_F$ , масс. ДОЛИ	$n_F$ , КМОЛЬ	$m_F$ , КГ

Кубовый остаток		
$T_W$ , °С	$x_W$ , МОЛ. ДОЛИ	$\bar{x}_W$ , масс. ДОЛИ

Дистиллят (средний состав)					
$\rho_p$ , КГ/М <sup>3</sup>	$n_D^{20}$	$x_p^{\text{экс}}$ , МОЛ. ДОЛИ	$\bar{x}_p^{\text{экс}}$ , масс. ДОЛИ	$x_p^{\text{расч}}$ , МОЛ. ДОЛИ	$\bar{x}_p^{\text{расч}}$ , масс. ДОЛИ

### Обработка экспериментальных данных

1. Воспользовавшись справочными данными фазовой диаграммы кипения вода-этиленгликоль (приложение 3), определите мольные доли НК (т.е. воды), в исходной смеси  $x_F$  и в кубовом остатке  $x_W$  на основании экспериментальных значений температур начала перегонки  $T_F$  и конца процесса разделения смеси  $T_W$ .

2. Возьмите интеграл (4.4) подходящим численным методом, используя при этом данные по равновесному составу жидкости и пара (приложение 3).

Для определения численного значения интеграла предварительно найдите значения интегрируемой функции  $f = \frac{1}{y^* - x}$  при различных величинах  $x$ , используя данные таблицы равновесных составов по НК. Для этого определите значения равновесного содержания паров по НК  $y^*$  при  $x_1 = x_W$  и  $x_k = x_F$ . Остальные величины  $x_2, x_3, \dots, x_{k-1}$  примите тождественными табличным. Подготовленную числовую информацию представьте в виде табл. 4.2.

Таблица 4.2

**Определение численного значения интеграла**

№ п/п	$x$ , $\frac{\text{кмоль}}{\text{кмоль}}$	$y^*$ , $\frac{\text{кмоль}}{\text{кмоль}}$	$(y^* - x)$ , $\frac{\text{кмоль}}{\text{кмоль}}$	$f = \frac{1}{y^* - x}$
1	$[x_W]$			
2				
...				
$k - 1$				
$k$	$[x_F]$			

3. Величину интеграла (4.4) рассчитайте по одной из квадратурных формул, например, по формуле трапеций:

$$\int_{x_W}^{x_F} \frac{dx}{y^* - x} \cong \frac{f_1 + f_2}{2} \cdot (x_2 - x_1) + \left( \frac{f_2}{2} + f_3 + \dots + f_{k-2} + \frac{f_{k-1}}{2} \right) \cdot \Delta x + \frac{f_{k-1} + f_k}{2} \cdot (x_k - x_{k-1}). \quad (4.6)$$

4. Определите массу исходной смеси по объёму жидкости в кубе-кипятильнике:

$$m_F = V_F \cdot \rho_F, \quad (4.7)$$

где  $V_F$  – объём исходной смеси,  $\text{м}^3$ ;  $\rho_F$  – плотность исходной смеси, определяемая на основании справочных данных, приведённых в приложении 1.

Число молей исходной смеси определите через массу исходной смеси:

$$n_F = \frac{m_F}{M_F}, \quad (4.8)$$

где  $M_F = x_F \cdot M_{H_2O} + (1 - x_F) \cdot M_{C_2H_6O_2}$ , молярная масса воды  $M_{H_2O} = 18 \frac{\text{кг}}{\text{кмоль}}$ , молярная масса этиленгликоля  $M_{C_2H_6O_2} = 62 \frac{\text{кг}}{\text{кмоль}}$ .

Мольное количество кубовой жидкости получите из уравнения (4.4) по найденному ранее из уравнения (4.6) значению интеграла:

$$n_W = \frac{n_F}{\exp\left(\int_{x_W}^{x_F} \frac{dx}{y^* - x}\right)}. \quad (4.9)$$

Найдите массу кубовой жидкости по соотношению:

$$m_W = n_W \cdot M_W, \quad (4.10)$$

где  $M_W = x_W \cdot M_{H_2O} + (1 - x_W) \cdot M_{C_2H_6O_2}$ .

5. Средний мольный состав дистиллята  $x_P^{\text{расч.}}$  определите по уравнению (4.5). Экспериментальное значение  $\bar{x}_P^{\text{эксп.}}$ , найденное по значению плотности  $\rho_P$  или показателю преломления  $n_D^{20}$  (приложение 2), переведите в мольные доли по уравнению:

$$x_P^{\text{эксп.}} = \frac{\frac{\bar{x}_P^{\text{эксп.}}}{M_{H_2O}}}{\frac{\bar{x}_P^{\text{эксп.}}}{M_{H_2O}} + \frac{1 - \bar{x}_P^{\text{эксп.}}}{M_{C_2H_6O_2}}}. \quad (4.11)$$

Рассчитайте погрешность определения состава дистиллята:

$$\Delta\% = \frac{|x_P^{\text{расч.}} - x_P^{\text{эксп.}}|}{x_P^{\text{эксп.}}} \cdot 100\%. \quad (4.12)$$

6. Определите количество теплоты  $Q_T$ , необходимой для разделения смеси вода-этиленгликоль на основании теплового баланса системы:

$$H_F + Q_T = H_P + H_W + Q_{\text{пот}}, \quad (4.13)$$

где  $H_F$  – количество теплоты, поступающей с исходной смесью, Дж;  $H_P$  – количество теплоты, отнимаемой у паров при конденсации, Дж;  $H_W$  – количество теплоты, отводимой с кубовым остатком, Дж;  $Q_{\text{пот}}$  – тепловые потери в окружающую среду, обусловленные несовершенством тепловой изоляции, Дж.

Расчёт этих величин проведите по следующим формулам:

$$H_F = m_F \cdot h_F. \quad (4.14)$$

$$H_P = m_P \cdot h_P. \quad (4.15)$$

$$H_W = m_W \cdot h_W. \quad (4.16)$$

$$Q_{\text{пот}} = 0,07 \cdot Q_T. \quad (4.17)$$

Расчёт величин удельных энтальпий исходной смеси и кубового остатка выполните по уравнениям:

$$h_F = c_F \cdot (T_F - T_0). \quad (4.18)$$

$$h_W = c_W \cdot (T_W - T_0). \quad (4.19)$$

$$h_P = c_P \cdot (T_P - T_0) + r_P, \quad (4.20)$$

где  $T_0 = 0 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_P = \frac{T_F + T_W}{2}$  – средняя температура конденсации паров дистиллята.

Значения удельных теплоёмкостей при известном содержании низкокипящего компонента в исходной смеси, дистилляте и кубовом остатке определяются по правилу аддитивности:

$$c_F = c_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \bar{x}_F + c_{\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2} \cdot (1 - \bar{x}_F). \quad (4.21)$$

$$c_P = c_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \bar{x}_P + c_{\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2} \cdot (1 - \bar{x}_P). \quad (4.22)$$

$$c_W = c_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \bar{x}_W + c_{\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2} \cdot (1 - \bar{x}_W). \quad (4.23)$$

Теплоёмкости воды и этиленгликоля находят по приложению 4 при

средних температурах  $T_{F\text{ ср}} = \frac{T_F + T_0}{2}$ ,  $T_{P\text{ ср}} = \frac{T_P + T_0}{2}$ ,  $T_{W\text{ ср}} = \frac{T_W + T_0}{2}$ .

Значения удельной теплоты парообразования при известном содержании низкокипящего компонента в дистилляте также определите по правилу аддитивности:

$$r_P = r_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \bar{x}_P + r_{\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2} \cdot (1 - \bar{x}_P). \quad (4.24)$$

Удельные теплоты парообразования воды и этиленгликоля находят по приложению 5 при средней температуре  $T_P = \frac{T_F + T_W}{2}$ .

7. Данные по балансу занесите в табл. 4.3.

Таблица 4.3

**Тепловой баланс процесса разделения  
бинарной смеси вода–этиленгликоль методом простой перегонки**

Исходная смесь				Дистиллят		
$m_F$ , кг	$\bar{x}_F$ , $\frac{\text{кг H}_2\text{O}}{\text{кг смеси}}$	$c_F$ , $\frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot \text{К}}$	$H_F$ , кДж	$m_P$ , кг	$\bar{x}_P$ , $\frac{\text{кг H}_2\text{O}}{\text{кг смеси}}$	$H_P$ , кДж

Кубовый остаток			Тепловые потери	Количество подведенной теплоты
$m_W$ , кг	$\bar{x}_W$ , $\frac{\text{кг H}_2\text{O}}{\text{кг смеси}}$	$H_W$ , кДж	$Q_{\text{пот}}$ , кДж	$Q_T$ , кДж

8. Проанализируйте значения количества среднего состава дистиллята, полученные экспериментально и рассчитанные теоретически, и сделайте выводы по работе.



Приложение 1

**Плотность водных растворов  
этиленгликоля при 20 °С**

Массовая доля воды $\bar{x}$ , мас. %	Плотность $\rho$ , кг/м <sup>3</sup>
0	1115,1
0,66	1115
7,76	1110
14,10	1105
19,88	1100
25,08	1095
29,97	1090
34,65	1085
39,07	1080
43,28	1075
47,40	1070
51,41	1065
55,26	1060
59,02	1055
62,76	1050
66,47	1045
70,12	1040
73,70	1035
77,35	1030
81,01	1025
84,64	1020
88,35	1015
92,15	1010
96,05	1005
100	998,2

Приложение 5

**Удельные теплоты фазового пе-  
рехода при различных темпера-  
турах**

Темпе- ратура $T$ , °С	Удельная теплота ф.п. $r$ , кДж/кг	
	вода	этиленгликоль
40	2406,5	1081,02
60	2358,4	1055,88
80	2308,9	1034,93
100	2257,2	1009,79
120	2202,9	988,84
140	2144,9	959,51
160	2082,2	938,56
180	2014,0	909,23
198	1946,8	800,29

Приложение 2

**Показатель преломления вод-  
ных растворов этиленгликоля  
при 20 °С при различных со-  
ставах**

Массовая доля воды $\bar{x}$ , мас. %	Показатель преломления $n$
0	1,43188
10	1,42262
20	1,41315
30	1,4034
40	1,39336
50	1,38313
60	1,37275
70	1,36253
80	1,35238
90	1,34242
100	1,333

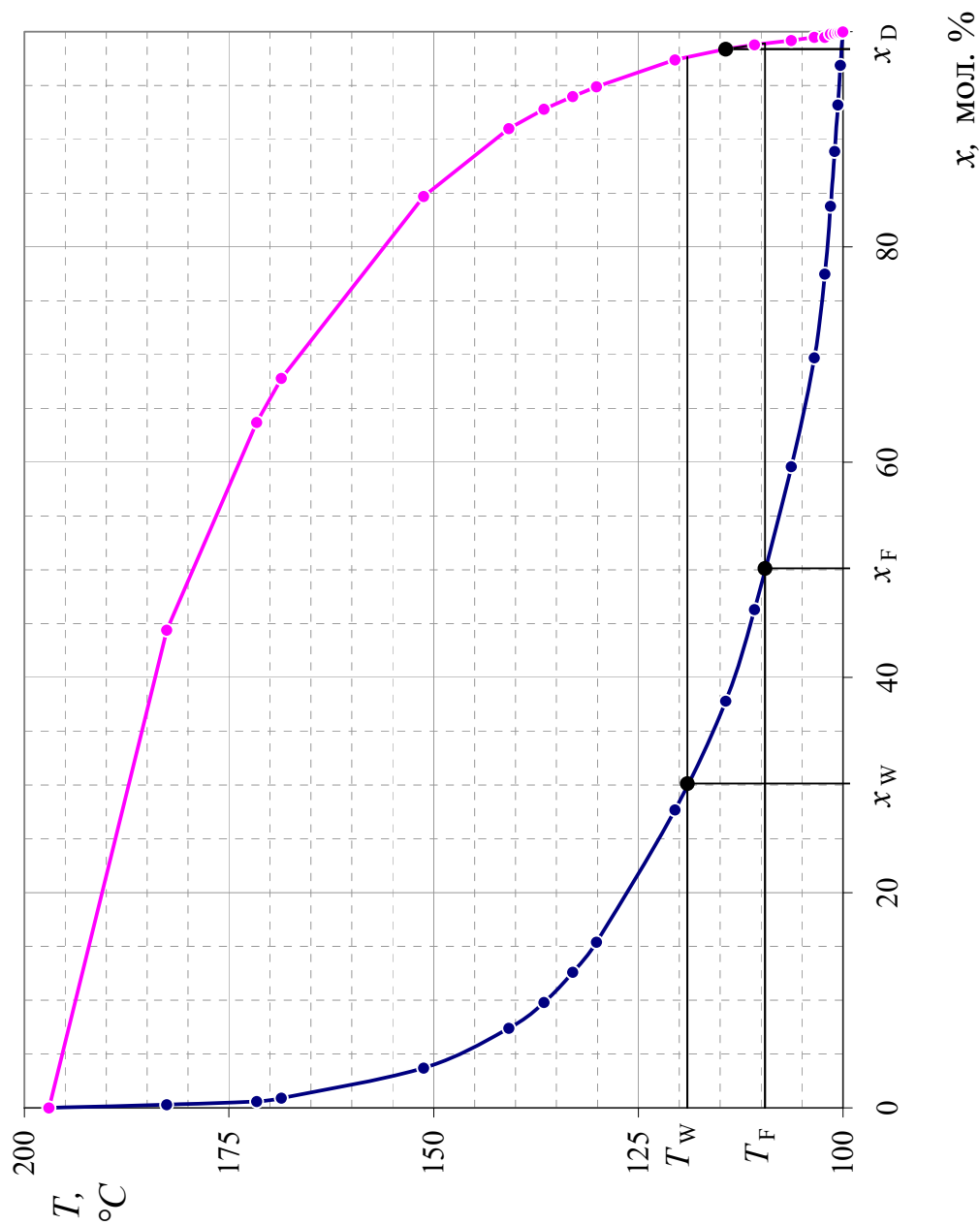
Приложение 4

**Удельные теплоёмкости воды  
и этиленгликоля при различ-  
ных температурах**

Темпе- ратура $T$ , °С	Теплоёмкость $c$ , кДж/(кг·К)	
	вода	этиленгликоль
20	4,1817	2,352
30	4,1785	2,4021
40	4,1786	2,447
50	4,1807	2,493
60	4,1844	2,539
70	4,1897	2,589
80	4,1965	2,636
90	4,2050	2,682
100	4,2164	2,728
110	4,2290	2,820
120	4,2447	2,820
130	4,2633	2,2702
140	4,2842	2,8702
150	4,3099	2,916
160	4,3384	2,962
170	4,3708	3,008
180	4,4076	3,101

Диаграмма фазового равновесия бинарной смеси вода-этиленгликоль,  
равновесные составы жидкости и пара

$x$ , мол.%	$y$ , мол.%	$T$ , °C
0	0	197
0,3	44,4	182,6
0,6	63,7	171,6
0,9	67,8	168,6
3,7	84,7	151,2
7,4	91	140,8
9,8	92,8	136,5
12,6	94	133
15,4	94,9	130,1
27,7	97,4	120,5
37,8	98,4	114,3
46,3	98,8	110,8
59,6	99,2	106,3
69,7	99,5	103,5
77,5	99,5	102,2
83,8	99,8	101,5
88,9	99,85	101
93,2	99,91	100,6
96,9	99,94	100,3
100	100	100



### Контрольные вопросы

1. Дайте определение процессу перегонки. Приведите конкретные примеры практической реализации в промышленной и лабораторной практике. Укажите ограничения и недостатки.
2. Сформулируйте понятие идеального раствора. Приведите аналитическое выражение закона Рауля.
3. Напишите уравнения материального баланса простой перегонки для всей системы и для легколетучего (низкокипящего) компонента (НК). Объясните смысл этих выражений.
4. Какие системы принято называть азеотропными? В чём их особенность?
5. Как изменится количество и состав получаемого дистиллята при частичной конденсации паров в паропроводе вследствие потерь тепла в окружающую среду?
6. Что обеспечит оснащение паропровода обогревателем или хорошим теплоизолятором?
7. Сформулируйте основные допущения при расчёте простой перегонки.
8. Получите уравнение простой перегонки (4.4).
9. Запишите систему уравнений, позволяющую найти средний состав дистиллята. Укажите экспериментальные величины, входящие в эти уравнения.
10. С какой целью в лабораторной установке применяется частичная изоляция паропровода ПР? Для чего служит обратный холодильник ОХ?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5

### ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ПЕРИОДИЧЕСКОЙ РЕКТИФИКАЦИИ БИНАРНОЙ СМЕСИ ЖИДКОСТЕЙ

Ректификация – процесс разделения жидких гомогенных смесей с различной летучестью при противоточном контакте паровой и жидкой фазы. Ректификация проводится в противоточных колонных аппаратах, снабжённых контактными устройствами (насадкой или тарелками), и сводится к одновременно протекающим, многократно повторяемым актам частичного испарения и конденсации разделяемой смеси на поверхности раздела фаз.

При каждой частичной конденсации в жидкую фазу преимущественно переходит высококипящий компонент (ВК). Выделившаяся при конденсации теплота приводит к частичному испарению жидкости, при этом в паровую фазу преимущественно переходит низкокипящий компонент (НК), благодаря чему жидкость обогащается ВК, а пар – НК. В результате многократного повторения этих процессов верха колонны достигает пар, содержащий преимущественно НК, а низа колонны – жидкость, содержащая преимущественно ВК.

Исходная смесь, состоящая из двух компонентов, называется бинарной. Здесь рассматриваются смеси, для которых согласно закону Коновалова равновесный состав пара будет отличаться от состава жидкости большим содержанием НК. Мольные доли в жидкости и паре подчиняются уравнениям:

$$x_{\text{НК}} + x_{\text{ВК}} = 1, \quad y_{\text{НК}} + y_{\text{ВК}} = 1. \quad (5.1)$$

Для бинарной смеси достаточно знать лишь концентрацию одного, обычно низкокипящего компонента, поэтому в дальнейших уравнениях обозначения концентраций даются без индекса компонентов.

Процесс ректификации осуществляется в тарельчатых или насадочных аппаратах непрерывного или периодического действия. Принципиальная схема ректификационной установки непрерывного действия представлена на рис. 5.1.

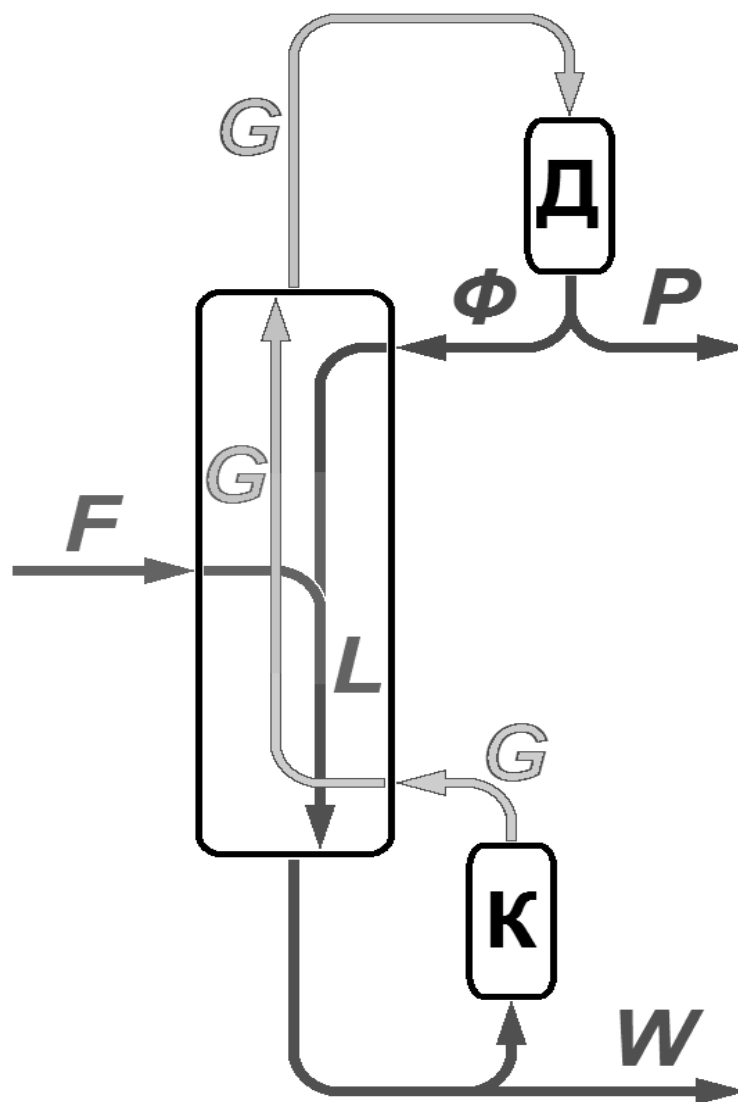


Рис. 5.1. Принципиальная схема непрерывной ректификации бинарной смеси

В колонну поступает исходная смесь  $F$ , содержание НК в которой составляет  $x_F$ . Сечение колонны, куда подаётся исходная смесь, называют сечением (точкой) питания. Его положение в колонне определяется равенством состава фаз в данной точке колонны составу фаз питания. Стекая вниз по колонне, жидкость взаимодействует с поднимающимся из кипятильника паром, при этом жидкость обедняется НК и обогащается ВК. В кипятильнике  $K$  жидкость частично испаряется, образуя пар  $G$  состава  $y_W$ , а остальная часть жидкости (кубовый остаток) состава  $x_W$  выводится в качестве одного из продуктов разделения.

Пар из кипятильника, поднимаясь по колонне, контактирует со сте-

кающей жидкостью и обогащается НК, обедняясь ВК. При этом состав пара  $y$  меняется от  $y_W$  (внизу колонны) до  $y_P$  (вверху колонны). Из колонны пар поступает в дефлегматор Д, где конденсируется, превращаясь в жидкость состава  $x_P$ , которая делится на два потока: ректификат (дистиллят)  $P$ , отводимый в качестве продукта, и флегму  $\Phi$ , подаваемую на орошение колонны.

Ректификационная колонна непрерывного действия имеет две части: нижнюю (исчерпывающую) – между точками ввода питания и пара из кипятильником и верхнюю (укрепляющую) – между точками ввода питания и флегмы. Стекающая по колонне жидкость  $L$  образована флегмой  $\Phi$  в верхней части колонны и совместно флегмой и исходной смесью – в нижней части колонны:

$$L_B = \Phi, \quad L_H = \Phi + F. \quad (5.2)$$

Состав стекающей по колонне жидкости  $x$  меняется от  $x_P$  (вверху колонны) до  $x_W$  (внизу колонны).

Таким образом, при непрерывной ректификации исходная смесь  $F$  состава  $x_F$  делится на два продукта: ректификат  $P$  состава  $x_P$  и кубовую жидкость  $W$  состава  $x_W$ . Эти величины связаны между собой уравнениями материального баланса:

$$\begin{cases} F = P + W \\ F \cdot x_F = P \cdot x_P + W \cdot x_W. \end{cases} \quad (5.3)$$

Первое уравнение системы (5.3) составлено по сумме НК и ВК, второе представляет собой материальный баланс по НК. При этом потоки  $F$ ,  $P$  и  $W$  выражены в киломолях смеси на единицу времени, а концентрации – в мольных долях. Такой выбор размерностей обусловлен тем, что для значительного числа разделяемых бинарных смесей мольные теплоты испарения (конденсации) близки между собой, в силу чего мольные потоки фаз по высоте колонны приближенно считают постоянными:  $G = \text{const}$ ,  $L_H = \text{const}$ ,  $L_B = \text{const}$ .

Очевидно, что флегма и дистиллят – жидкости одинакового состава, поскольку являются частями одного потока – потока выходящего из дефлегматора конденсата. Отношение потока флегмы к потоку дистиллята называют флегмовым числом:

$$R = \frac{\Phi}{P}, \quad (5.4)$$

где потоки флегмы и дистиллята могут быть выражены как киломолями в единицу времени, так и килограммами в единицу времени.

Качество получаемых при ректификации продуктов в значительной мере определяется величиной флегмового числа.

В отличие от флегмового числа, число питания является отношением расхода исходной смеси к расходу дистиллята, где расходы могут быть выражены только киломолями в единицу времени:

$$f = \frac{F}{P}. \quad (5.5)$$

Материальный баланс, составленный для верхней (укрепляющей) части колонны, приводит к уравнению рабочей линии:

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x + \frac{x_p}{R+1}. \quad (5.6)$$

Аналогично получают уравнение рабочей линии нижней (исчерпывающей) части колонны, в случае подачи питания при температуры кипения (в дальнейшем будет рассматриваться только такое питание):

$$y = \frac{R+f}{R+1} \cdot x + \frac{1-f}{R+1} \cdot x_w. \quad (5.7)$$

Уравнение (5.6) связывает рабочие концентрации фаз в укрепляющей (верхней) части колонны, при этом подразумевается, что пары в дефлегматоре конденсируются полностью, так что в верхней точке колонны  $y_p = x_p$ . Уравнение (5.7) связывает рабочие концентрации контактирующих фаз в исчерпывающей (нижней) части колонны, при этом приближении допускается, что  $y_w = x_w$ . Это условие подразумевает полное испарение жидкости

в кипятильнике, что в реальных условиях невозможно. На практике наблюдается частичное испарение жидкости в кипятильнике с образованием парожидкостной смеси (в случае вертикального испарителя), разделение которой на фазы происходит в нижнем сепарационном пространстве колонны. В соответствии с уравнением (5.6) рабочая линия верхней части колонны отсекает на вертикальной оси диаграммы  $y-x$  отрезок (рис. 5.5):

$$B = \frac{x_P}{R + 1}. \quad (5.8)$$

Это свойство обычно используют при построении рабочих линий.

Наклон рабочих линий зависит от флегмового числа. При  $R = \infty$  (полный возврат конденсата в колонну) рабочие линии совпадают с диагональю. По мере уменьшения флегмового числа рабочие линии приближаются к линии равновесия. При некотором значении  $R = R_{\min}$  точка пересечения рабочих линий обеих частей касается равновесной линии. При этом рабочая концентрация пара в точке питания равна концентрации НК в паре, равновесном с исходной смесью:  $y_F = y_F^*$ . Это значение  $R_{\min}$  называют минимальным флегмовым числом, соответствующим бесконечно большой поверхности контакта фаз, и его можно определить из уравнения:

$$R_{\min} = \frac{x_P - y_F^*}{y_F^* - x_F}. \quad (5.9)$$

Для работы реальной колонны флегмовое число  $R$  должно быть больше минимального. Связь этих двух значений даёт коэффициент избытка флегмы  $\beta$ :

$$R = \beta \cdot R_{\min}. \quad (5.10)$$

Интенсивность процесса разделения может быть охарактеризована величиной среднего коэффициента массопередачи для каждой из зон колонны, например, по паровой фазе:

$$K_y = \frac{j_{\text{НК}}}{A \cdot \Delta y_{\text{cp}}}, \quad (5.11)$$



где  $j_{\text{НК}}$  – межфазный поток НК, кмоль/с;  $A$  – площадь поверхности массо-передачи, м<sup>2</sup>;  $\Delta y_{\text{ср}}$  – средняя движущая сила массопередачи по паровой фазе, мол. доли.

Поток НК, перешедшего из одной фазы в другую, может быть найден по уравнению:

$$j_{\text{НК}} = (y_{\text{К}} - y_{\text{Н}}) \cdot P \cdot (R + 1). \quad (5.12)$$

Благодаря допущению о неизменности мольных расходов фаз расход паровой фазы в уравнении (5.12) может быть найден через расход дистиллята:

$$\dot{n}_{\text{Г}} = P \cdot (R + 1). \quad (5.13)$$

Площадь поверхности массопередачи может быть принята равной величине геометрической поверхности насадки:

$$A = a \cdot H \cdot S, \quad (5.14)$$

где  $a$  – удельная поверхность насадки, м<sup>2</sup>/м<sup>3</sup>;  $H$  – высота насадки, м;

$S = \frac{\pi \cdot D_{\text{вн}}^2}{4}$  – площадь сечения колонны, м<sup>2</sup>;  $D_{\text{вн}}$  – внутренний диаметр колонны, м.

Средняя движущая сила массопередачи определяется выражением:

$$\Delta y_{\text{ср}} = \frac{y_{\text{К}} - y_{\text{Н}}}{N_{\text{Оу}}}, \quad (5.15)$$

$$N_{\text{Оу}} = \int_{y_{\text{Н}}}^{y_{\text{К}}} \frac{dy}{y^*(x) - y}, \quad (5.16)$$

где  $N_{\text{Оу}}$  – общее число единиц переноса, рассчитанное по концентрациям НК в паровой фазе.

С учётом выражений (5.12) и (5.15) уравнение (5.11) может быть приведено к виду:

$$K_y = \frac{P \cdot (R + 1)}{A \cdot N_{Oy}}. \quad (5.17)$$

Высота единицы переноса определяется по уравнению:

$$h_{Oy} = \frac{H}{N_{Oy}}, \quad (5.18)$$

где  $H$  – высота насадки, м.

Мольный расход ректификата определяется по формуле:

$$P = \frac{V_p}{t} \cdot \frac{\rho_p}{M_p}, \quad (5.19)$$

где  $V_p$  – объём дистиллята, м<sup>3</sup>;  $t$  – время отбора дистиллята, с;  $\rho_p$  – плотность дистиллята, кг/м<sup>3</sup>;  $M_p = M_{НК} \cdot x_p + M_{БК} \cdot (1 - x_p)$  – молярная масса ректификата, кг/кмоль.

Высота теоретической ступени находится по уравнению:

$$h_T = \frac{H}{N_T}, \quad (5.20)$$

где  $N_T$  – число теоретических ступеней, определяемое графически, как число ступеней между рабочей и равновесной линией на диаграмме  $y-x$  (см. рис. 5.5).

Периодическая ректификация имеет ряд особенностей, отличающих её от непрерывной. При постоянном значении флегмового числа состав продуктов ректификации непрерывно меняется, что усложняет процесс расчёта. Однако в первой части данной лабораторной работы вследствие небольшого количества отбираемого дистиллята состав продуктов меняется незначительно и процесс ректификации можно считать квазистационарным. Для стационарного процесса, при определении усреднённых величин, можно применять зависимости, используемые для непрерывной ректификации – уравнения (5.1) – (5.20).

Одной из основных задач расчёта процесса периодической ректификации при постоянном флегмовом числе является определение среднего состава дистиллята. Ввиду того, что содержание НК в кубе непрерывно

уменьшается по ходу течения ректификации, концентрация НК в дистилляте также падает. Наиболее распространённый метод определения среднего состава дистиллята основан на предположении о постоянной разделяющей способности колонны, что выражается в постоянном числе теоретических ступеней, достигаемых при разделении данной смеси по ходу всего процесса периодической ректификации ( $N_T = \text{const}$ ).

Таким образом, определение среднего состава дистиллята сводится к решению системы уравнений (5.3), которая для периодической ректификации принимает вид:

$$\begin{cases} F = P_K + W_K \\ F \cdot x_F = P_K \cdot x_{P \text{ ср}} + W_K \cdot x_{W_K} \end{cases} \quad (5.21)$$

Эту систему дополняют следующим уравнением:

$$\ln \left( \frac{P_K + W_K}{W_K} \right) = \int_{x_{W_K}}^{x_F} \frac{dx_W}{x_P - x_W}, \quad (5.22)$$

В уравнениях (5.21) – (5.22)  $x_P$ ,  $x_W$  – концентрации НК в дистилляте и в кубовой жидкости;  $x_{W_K}$  – конечное содержание НК в кубе;  $P_K$  и  $W_K$  – конечное число киломолей дистиллята и кубового остатка;  $x_{P \text{ ср}}$  – средняя концентрация НК в дистилляте.

В соответствии с вышеизложенным, проведение экспериментов и расчёт разделяются на две части.

В первой части работы производится небольшой отбор дистиллята за малое время. По определенным величинам объёма дистиллята и концентрации НК в дистилляте по уравнениям (5.13–5.20) определяют  $K_y$ ,  $h_{Oy}$  и  $h_T$ .

Во второй части производят отбор достаточно большого количества дистиллята за продолжительное время, затем в соответствии с уравнениями (5.21) – (5.23) определяют средний состав дистиллята.

**Цель работы:** ознакомление с устройством и работой ректификационной установки; разделение жидкой бинарной смеси этанол-вода периодической ректификацией; определение состава дистиллята, числа ступеней

изменения концентраций (теоретических тарелок) и высоты, эквивалентной теоретической тарелке, числа единиц переноса и высоты единицы переноса, коэффициента массопередачи.

### Описание установки

Установка предназначена для разделения жидких смесей при атмосферном давлении. Схема лабораторной установки изображена на рис. 5.2. Ректификационная установка изготовлена фирмой SOVIREL (Франция).

Исходная смесь этанола и воды заливается в куб-кипятильник К, где нагревается до температуры кипения. Обогрев куба производится трубчатым электронагревателем ТЭН. Измерение температуры в кубе осуществляется термометром (поз. 1).

Образующиеся к кубу К пары поступают в ректификационную колонну КР внутренним диаметром 80 мм, где контактируют со стекающей по насадке жидкостью, обогащаясь этанолом. Колонна заполнена насадкой Н – стеклянными кольцами Рашига размером  $7 \times 7 \times 1,5$  мм; высота слоя насадки в колонне равна 180 см. Далее через отверстие О в куполообразной перегородке пары поступают в дефлегматор Д, где конденсируются за счёт отвода теплоты водой, подаваемой в змеевик дефлегматора. Расход воды регулируется вентилем В<sub>1</sub> и контролируется по ротаметру (поз. 2).

Стекающий из дефлегматора конденсат поступает в делитель флегмы Ф, который представляет собой ёмкость с электромагнитным клапаном. При открытом клапане конденсат направляется в линию отбора дистиллята, при закрытом клапане жидкость (флегма) поступает на орошение колонны. Соотношение потоков флегмы и дистиллята (флегмовое число) устанавливается по соотношению времени открытого клапана и времени, когда клапан закрыт. Управление клапаном осуществляется с помощью компьютера.

В случае проскока паров через дефлегматор Д они будут сконденсированы в обратном холодильнике ХО. Для предотвращения проскока паров через линию дистиллята она снабжена гидравлическим затвором Г.

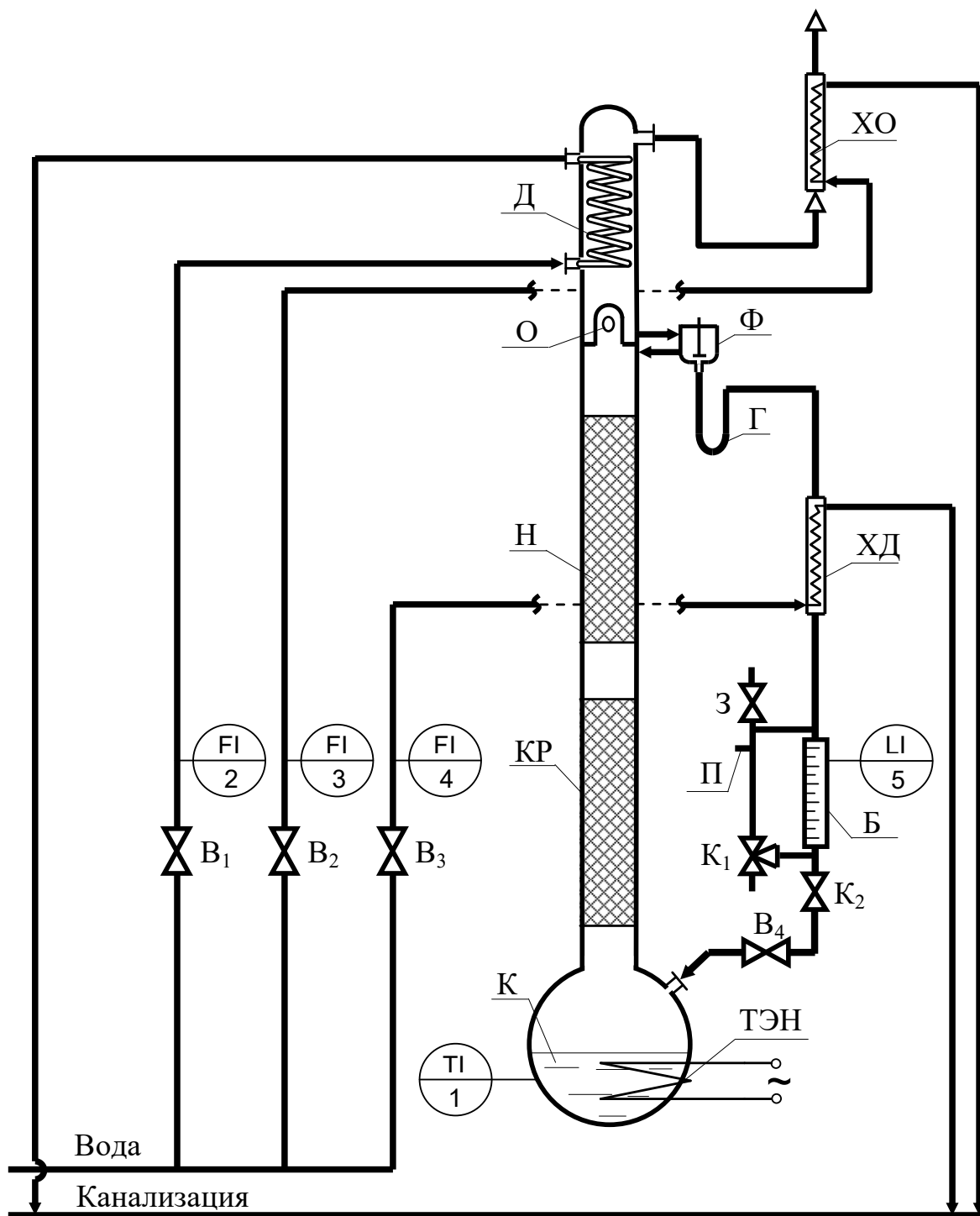


Рис. 5.2. Схема лабораторной ректификационной установки [6]:  
 К – куб-кипятыльник, ТЭН – трубчатый электронагреватель, КР – ректификационная колонна, Н – насадка, Д – дефлегматор, ХО – обратный холодильник, Б – бюретка, ХД – холодильник, П – пробоодборник, З – заглушка, Ф – делитель флегмы, Г – гидравлический затвор.

Дополнительное охлаждения дистиллята происходит в холодильнике

ХД, после которого дистиллят либо возвращается в куб-кипятильник К, либо накапливается в мерной бюретке Б (при открытом кране  $K_2$  и вентиле  $B_4$ ). Мерная бюретка отградуирована от 0 до 100 см<sup>3</sup>. Бюретка снабжена байпасной линией с трёхходовым краном  $K_1$ , пробоотборником П и патрубком с заглушкой (пробкой) З для возврата в установку отобранных в ходе работы проб.

### **Методика выполнения первой части работы**

Пуск установки осуществляется после детального ознакомления с устройством, с инструкцией по технике безопасности, уяснения способа изменения расхода дистиллята и отбора пробы на анализ, беседы с преподавателем и при наличии от него разрешения на проведение работы. Перед пуском установки необходимо убедиться, что куб заполнен исходной смесью не менее чем на половину, но не более чем на две трети. Работа на установке требует достаточной квалификации и опыта, поэтому все включения или переключения на установке выполняется только учебным мастером или лаборантом.

1. С помощью вентиляей  $B_1$ ,  $B_2$  и  $B_3$  включите подачу водопроводной воды на охлаждение дефлегматора Д, обратного холодильника ХО и холодильника дистиллята ХД, контролируя расход воды по ротаметрам (поз. 2, 3 и 4).

2. Убедитесь, что краны  $K_1$  и  $K_2$  закрыты, а вентиль  $B_4$  на линии возврата дистиллята в куб-кипятильник открыт.

3. Включите трубчатый электронагреватель ТЭН.

Жидкость в кубе закипит через 40–50 мин.

От начала закипания жидкости в кубе до появления дистиллята в дефлегматоре проходит около 20 мин, которые требуются на прогрев насадки колонны (наблюдается визуально по стекающему по насадке конденсату).

4. С помощью компьютера, управляющего делителем флегмы Ф, установите заданное преподавателем флегмовое число, как соотношение временных отрезков подачи флегмы на орошение колонны и отбора дистиллята.

Поступление конденсата на линию дистиллята наблюдается визуаль-

но по изменению уровня жидкости в гидрозатворе Г, а после его заполнения – по стеканию дистиллята в мерную бюретку Б.

5. При появлении первых порций жидкости в мерной бюретке Б откройте кран  $K_2$  для возврата дистиллята в куб-кипятильник.

6. Через 10–15 мин после поступления первых порций дистиллята в мерную бюретку Б установка выйдет на стационарный режим работы.

Зафиксируйте температуру кипения жидкости в кубе  $T_w$ .

7. Закройте кран  $K_2$  и произведите замер времени накопления дистиллята в мерной бюретке Б от деления 0 до деления  $100 \text{ см}^3$ .

8. Не открывая кран  $K_2$  после набора полной мерной бюретки, дождитесь перелива жидкости из бюретки в байпас.

При закрытом кране  $K_1$  налейте в мерный цилиндр 50 мл дистиллята через шланг, закреплённый на патрубке П.

Сразу после отбора пробы откройте краны  $K_1$  и  $K_2$  для слива дистиллята из байпаса и бюретки в куб-кипятильник.

9. Измерьте плотность пробы дистиллята с помощью ареометра и её температуру с помощью термометра.

Воспользовавшись зависимостью плотности водных растворов от состава, определите массовую долю этанола по измеренным значениям плотности и температуры.

10. Слейте содержимое мерного цилиндра в куб через заглушку (пробку) З.

11. Выключите питание трубчатого электронагревателя ТЭН. Остановите работу делителя флегмы Ф. Подачу воды в дефлегматор и холодильники отключите не ранее чем через 25 минут после выключения электронагревателя.

### **Порядок выполнения работы при совмещении первой и второй части**

Вторую часть работы проделайте после выполнения первых 7-ми пунктов первой части. Дальнейшие пункты выполнения работы следующие.

8. После отбора дистиллята для определения концентрации НК в начале ректификации продолжайте отбор дистиллята в другую (более объёмную) ёмкость. Отбор дистиллята продолжается до температуры кипения в

кубе, соответствующей заданной величине конечной концентрации НК в кубе ( $x_{\text{НК}}$ ). Замерьте объём отобранного дистиллята.

9. Определите содержание этанола в первой пробе дистиллята и в большом объёме дистиллята.

10. Верните в установку весь отобранный дистиллят через открытую заглушку (пробку) 3.

11. Выключите установку в порядке, обратном включению, при этом прекратите подачу воды в теплообменники через 25 мин после выключения ТЭН.

### Обработка экспериментальных данных (первая часть)

1. Найдите мольные доли этанола в кубе  $x_{\text{W}}$  и в дистилляте  $x_{\text{P}}$ .

Для этого по равновесным данным для смеси этанол–вода постройте  $T - x, y$  диаграмму и по температуре кипения жидкости в кубе  $T_{\text{W}}$  определите  $x_{\text{W}}$ .

Пересчитайте определённую ранее массовую долю этанола в дистилляте в мольную долю по формуле:

$$x_{\text{P}} = \frac{\bar{x}_{\text{P}}/M_{\text{НК}}}{\bar{x}_{\text{P}}/M_{\text{НК}} + (1 - \bar{x}_{\text{P}})/M_{\text{ВК}}} . \quad (5.23)$$

2. Постройте рабочую линию процесса ректификации на диаграмме  $y - x$ .

Следует отметить, что лабораторная установка (как все установки периодической ректификации) не имеет нижней (исчерпывающей) части. Можно считать, что её роль играет куб-кипятильник, разделяющим действием которого пренебрегать (как это приближённо делают при расчёте непрерывной ректификации) нельзя, поскольку в данном случае вклад кипятильника в процесс разделения достаточно велик.

Образующийся в кубе-кипятильнике пар находится в состоянии равновесия с кипящей кубовой жидкостью  $y_{\text{W}} = y_{\text{W}}^*$ . В этом случае разделяющее действие куба-кипятильника можно учесть, построив на диаграмме одну теоретическую ступень разделения. При этом состав выходящей из колонны и входящей в куб-кипятильник жидкости можно условно обозна-



читать как  $x_F = x_{\text{вых}}$ , а состав покидающего куб-кипятильник пара – как  $y_F = y_{\text{вых}}$ .

Рассчитав по формуле (5.8) длину отрезка  $B$  и отложив его на вертикальной оси, постройте рабочую линию верхней (укрепляющей) части колонны в интервале составов от  $x_F$  до  $x_P$  (см. рис. 5.5).

3. Определите минимальное флегмовое число по уравнению (5.9), подставив в него найденное в предыдущем пункте значение  $x_F$  и определённое по графику равновесное ему значение  $y_F^*$ . Определите значение коэффициента избытка флегмы  $\beta$ , выразив его из уравнения (5.10).

4. Определите значение общего числа единиц переноса по концентрациям в паровой фазе. Для этого постройте график, отложив по горизонтальной оси  $y$ , а по вертикальной оси  $\frac{1}{y^* - y}$ . Значения  $y^*$  и  $y$  определите по диаграмме  $y-x$  в интервале от  $y_F$  до  $y_P$  (см. пункт 2). Общее число единиц переноса по паровой фазе будет численно равно площади полученной криволинейной трапеции. Проведите численное интегрирование (см. рис. 5.6).

Определите высоту единицы переноса, разделив высоту насадки на число единиц переноса по уравнению (5.18).

5. Определите мольный расход дистиллята по уравнению (5.19).

6. Определите мольный расход паровой фазы по формуле (5.13) и найдите коэффициент массопередачи по уравнению (5.17), рассчитав площадь поверхности массопередачи по уравнению (5.14) и приняв удельную поверхность насадки  $a = 750 \text{ м}^2/\text{м}^3$ .

7. Определите число теоретических ступеней графическим построением ступеней между рабочей линией и равновесной в интервале  $x_P-x_F$ . Рассчитайте высоту теоретической ступени, по уравнению (5.20):

Результаты измерений и расчётов сведите в табл. 5.1

Таблица 5.1

### Экспериментальные и расчётные величины

Экспериментальные данные	
Флегмовое число $R$	
Температура кипения кубовой жидкости $t_w$ , °С	
Объём дистиллята $V_p$ , см <sup>3</sup>	
Время сбора дистиллята $t$ , с	
Плотность дистиллята $\rho_p$ , кг/м <sup>3</sup>	
Результаты расчёта	
Состав кубовой жидкости $x_w$ , мол. доли	
Состав дистиллята $x_p$ , мол. доли	
Молярная масса дистиллята $M_p$ , кг/кмоль	
Мольный расход дистиллята $P$ , кмоль/с	
Мольный расход паровой фазы $P \cdot (R + 1)$ , кмоль/с	
Состав жидкой фазы на входе в куб-кипятильник $x_F$ , мол. доли	
Минимальное флегмовое число $R_{\min}$	
Коэффициент избытка флегмы $\beta$	
Число единиц переноса $N_{Oy}$	
Высота единицы переноса $h_{Oy}$ , м	
Площадь поверхности массопередачи $A$ , м <sup>2</sup>	
Коэффициент массопередачи $K_y$ , $\frac{\text{кмоль НК}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \frac{\text{кмоль НК}}{\text{кмоль пара}}}$	
Число теоретических ступеней $N_T$	
Высота теоретической степени $h_T$ , м	

#### Обработка экспериментальных данных (вторая часть)

Как указано выше, отбор дистиллята проводится до температуры кипения в кубе, соответствующей заданной величине конечной концентрации НК в кубовой жидкости ( $x_{wK}$ ). Приблизённо можно считать, что положение рабочей линии, построенной на диаграмме  $y - x$  в первой части работы соответствует концентрации дистиллята в нулевой момент времени. Для численного интегрирования правой части уравнения (5.22) необходимо иметь несколько значений концентраций НК в дистилляте и в кубовой жидкости ( $x_{pi}$  и  $x_{wi}$ ). Для этого проводят ряд рабочих линий, парал-

лельных рабочей линии, взятой из первой части работы. Точка пересечения  $i$ -й линии с диагональю соответствует  $x_{pi}$ . Построив от  $x_{p1}$ , определённой в первой части работы, рабочую линию, определяют по ней число теоретических ступеней  $N_T$ , а по величине  $N_T + 1$  получают  $x_{w1}$ . Для расчёта  $x_{PK}$  (конечной концентрации НК в дистилляте) необходимо провести несколько вариантов таких параллельных линий. Значение  $x_{PK}$  будет соответствовать точке пересечения той линии, для которой число теоретических ступеней построенных между ней и равновесной кривой, будет равно  $N_T + 1$  (в интервале  $x_{PK} - x_{WK}$ ). Определённые пары концентраций занесите в табл. 5.2.

Таблица 5.2

**Данные для интегрирования по уравнению (5.23)**

$x_P$	$x_{P1}$	$x_{P2}$	....	$x_{PK}$
$x_W$	$x_{W1}$	$x_{W2}$	....	$x_{WK}$

После определения  $x_{PK}$  необходимо провести проверку принятой величины  $x_{WK}$ . Конечная концентрация НК в кубе должна соответствовать неравенству:

$$x_{WK} < \frac{(R + 1) \cdot y^*(x_{\text{ВЫХ}}) - x_{PK}}{R}. \quad (5.24)$$

Поскольку система уравнений (5.21) – (5.22) построена на принципе равенства количества НК, испарённого из куба, количеству НК, поступившему в дистиллят, требуется учёт всех теоретических ступеней, участвующих в процессе разделения, т. е.  $N_T + 1$ .

По данным табл. 5.2 проведите численное интегрирование правой части уравнения (5.22). По уравнению (5.22) найдите  $W_K$ , затем из уравнения 5.21 определите величину среднего состава дистиллята.

Экспериментальное значение средней концентрации этанола в дистилляте рассчитайте из значений концентраций, определённых в первой пробе и в основном объёме дистиллята.

$$x_{\text{Ср.эксп}} = \frac{\rho_1 \cdot V_1 \cdot x_{P1} + \rho_2 \cdot V_2 \cdot x_{\text{Росн}}}{\rho_1 \cdot V_1 + \rho_2 \cdot V_2}, \quad (5.25)$$

где  $x_{p1}$  – концентрация НК в первой пробе, мол. доля;  $x_{pосн}$  – концентрация НК в основном объёме дистиллята;  $V_1$  – объём бюретки,  $m^3$ ;  $V_2$  – основной объём дистиллята,  $m^3$ ;  $\rho_1$  и  $\rho_2$  – плотности жидкости в бюретке и в основном объёме дистиллята,  $kg/m^3$ .

Сравните теоретически и экспериментально найденные средние концентрации НК в дистилляте и определите погрешность теоретического расчёта.

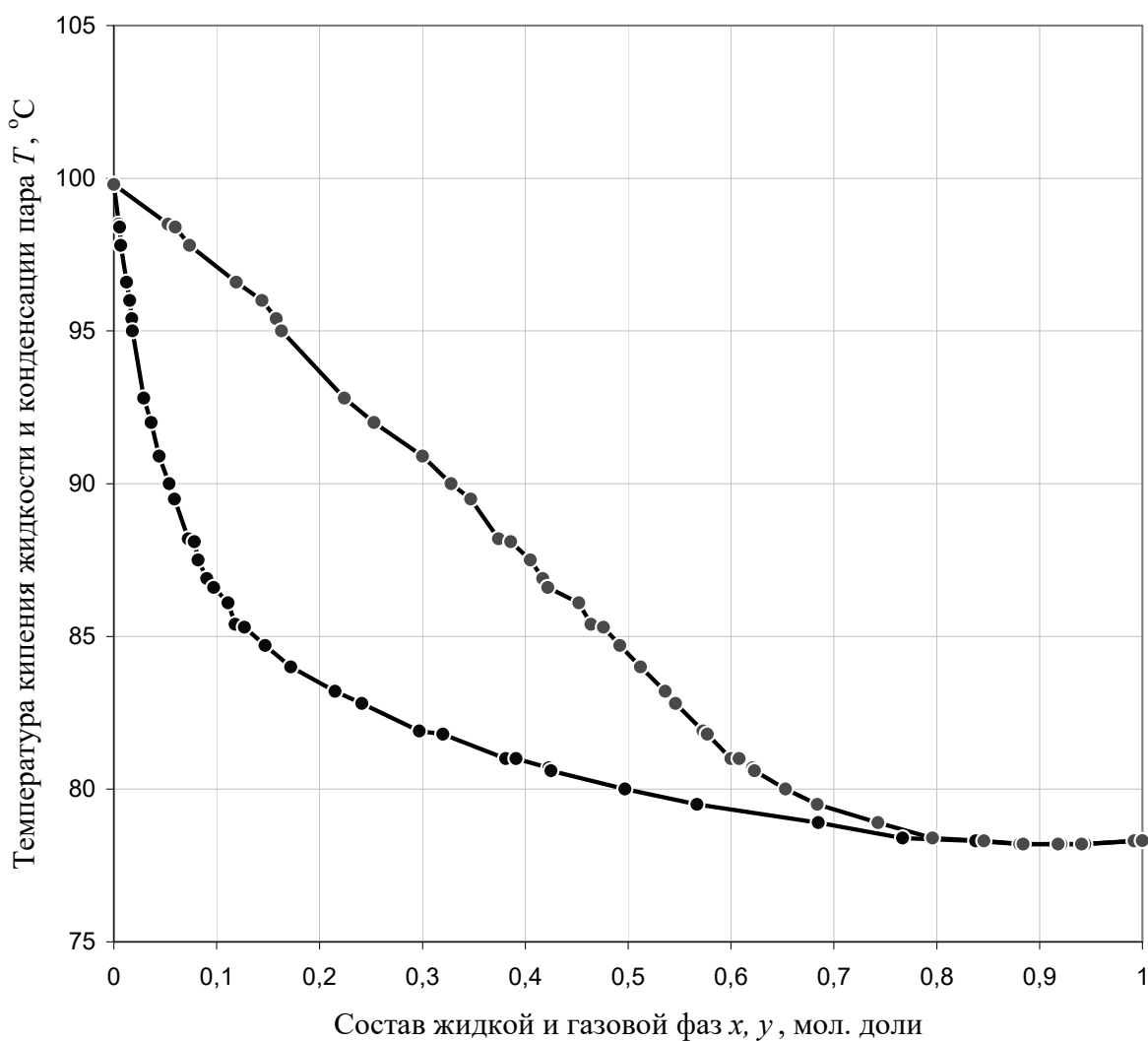


Рис. 5.3. Диаграмма  $T-x, y$  для смеси этанол-вода

Таблица 5.3.

**Равновесные составы для смеси этанол - вода**

Состав жидкой фазы $x$ , мол. доля	Состав газовой фазы $y$ , мол. доля	Температура $T$ , °C
0	0	99,8
0,005	0,0528	98,5
0,0056	0,0597	98,4
0,0067	0,0736	97,8
0,0124	0,119	96,6
0,0155	0,144	96
0,0175	0,158	95,4
0,018	0,163	95
0,0292	0,224	92,8
0,0363	0,253	92
0,044	0,3	90,9
0,0538	0,328	90
0,0589	0,347	89,5
0,0725	0,374	88,2
0,0782	0,386	88,1
0,082	0,405	87,5
0,0905	0,417	86,9
0,097	0,422	86,6
0,111	0,452	86,1
0,118	0,464	85,4
0,127	0,476	85,3
0,147	0,492	84,7
0,172	0,512	84
0,215	0,536	83,2
0,241	0,546	82,8
0,297	0,573	81,9
0,32	0,577	81,8
0,381	0,6	81
0,391	0,608	81
0,423	0,621	80,7
0,425	0,623	80,6
0,497	0,653	80
0,567	0,684	79,5
0,685	0,743	78,9
0,767	0,796	78,4
0,838	0,846	78,3
0,881	0,884	78,2
0,921	0,918	78,2
0,944	0,941	78,2
0,993	0,992	78,3
1	1	78,31

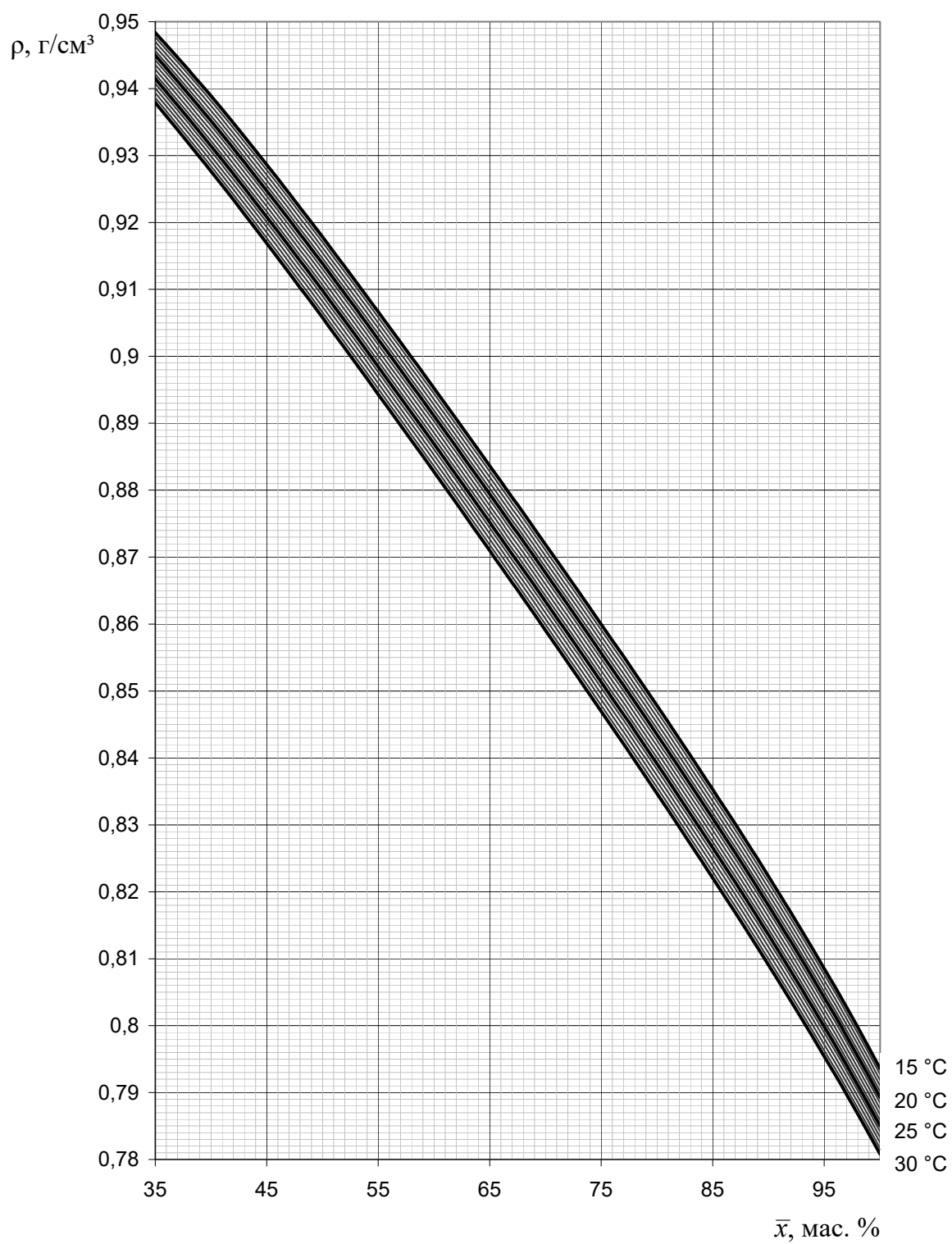


Рис. 5.4. Плотность водных растворов этанола в зависимости от состава.

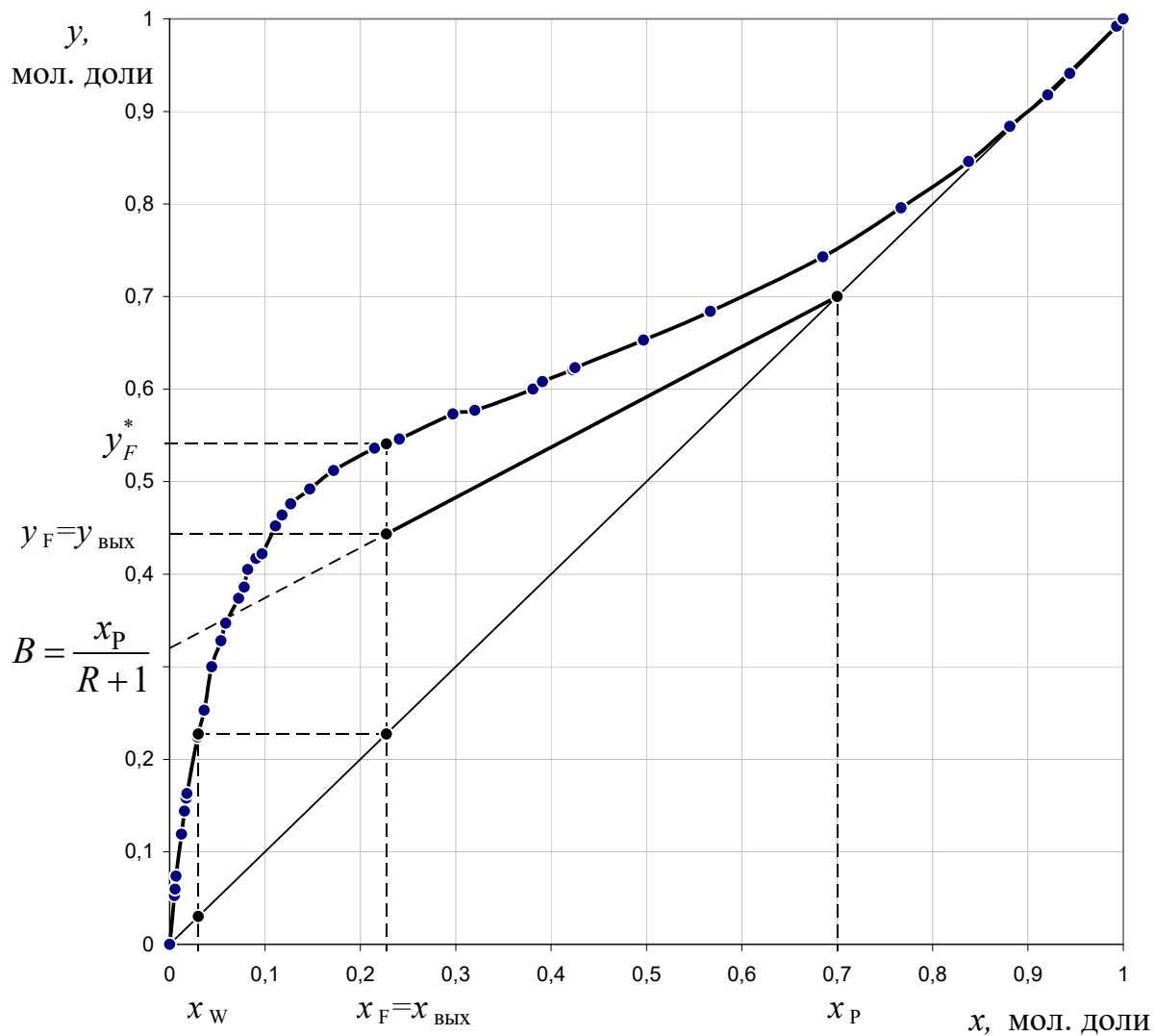


Рис. 5.5. Построение рабочих линий на диаграмме  $y - x$  для смеси этанол-вода

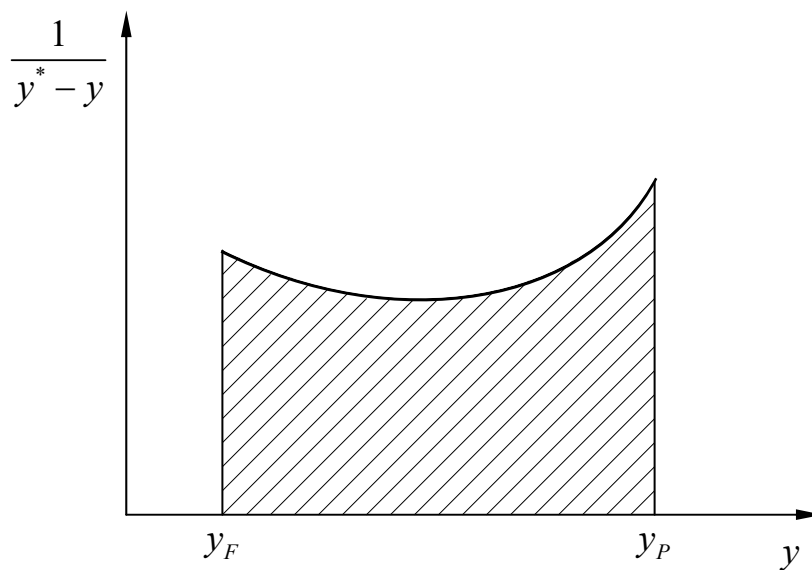


Рис. 5.6. Определение числа единиц переноса графическим интегрированием

### Контрольные вопросы

1. В чём заключается физическая сущность процесса ректификации? Что является его движущей силой?
2. Что такое флегмовое число ректификационной колонны? Как рассчитывают его минимальное значение?
3. Понятие единицы переноса и теоретической ступени разделения (тарелки). Что называют высотой единицы переноса (ВЕП) и высотой, эквивалентной теоретической ступени (ВЭТС)?
4. Дайте определение эффективности тарелки по Мерффри. Как его используют при построении кинетической линии?
5. Какие допущения принимают при анализе работы ректификационной колонны?
6. Выведите уравнения рабочих линий для верхней (укрепляющей) и нижней (исчерпывающей) частей колонны. Какое из этих уравнений применяется в данной работе?
7. Пределы изменения флегмового числа и его влияние на положение рабочей линии.
8. Сравните установки периодической ректификации и простой перегонки. В чём их принципиальное отличие?
9. Какие два основных режима проведения периодической ректификации известны? Какой из этих режимов используется при проведении данной лабораторной работы?
10. Как изменяется во времени состав дистиллята, если периодическую ректификацию проводить при постоянном флегмовом числе?
11. Каково предельное значение концентрации этанола в дистилляте при проведении данной лабораторной работы? Каковы теоретические условия его достижения?
12. В каких единицах рассчитывается коэффициент массопередачи в данной работе? Чем обусловлен выбор этих единиц?



## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6

### РАЗДЕЛЕНИЕ РАСТВОРОВ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ВЕЩЕСТВ ОБРАТНЫМ ОСМОСОМ

Мембранные процессы как методы разделения жидких и газовых смесей являются достаточно новыми. Ещё в 80-х годах их не рассматривали как технически важные способы разделения смесей. В настоящее же время мембранные процессы широко используются, а область их применения постоянно расширяется.

Существует множество мембранных процессов, базирующихся на различных механизмах (принципах) разделения и применяющихся для разделения компонентов (объектов) смеси разных размеров – от микрочастиц до молекул. Несмотря на эти различия все мембранные процессы имеют нечто общее, а именно, осуществляются с помощью мембраны [7]. Точное определение мембраны дать достаточно сложно. Мембрану в первом приближении можно рассматривать как «селективный» барьер между двумя фазами (смесями), одна из которых (а может быть обе) представляет собой целевой продукт. Причём термин «селективный» может относиться как к мембране, так и к мембранному процессу. В зависимости от целей разделения, целевым продуктом могут являться как компоненты смеси, прошедшие через мембрану, так и компоненты, задерживаемые ею.

Задачи мембранного разделения обычно сводятся к следующему:

- концентрирование: целевой компонент присутствует в низкой концентрации и растворитель должен быть частично отделён;
- очистка: нежелательная примесь должна быть удалена;
- фракционирование: смесь должна быть разделена на два и более целевых продукта.

Схематически мембранный процесс можно представить следующий образом (рис. 6.1). Исходный (сырьевой) поток I разделяется в мембранном модуле (разделительном элементе) Э на два потока: проникающий через мембрану М – пермеат III, оставшийся после разделения – ретентат II.

Если цель процесса – концентрирование, то целевым продуктом будет ретентат. В случае очистки и фракционирования как пермеат, так и ре-

тентат могут выступать в качестве целевых продуктов.

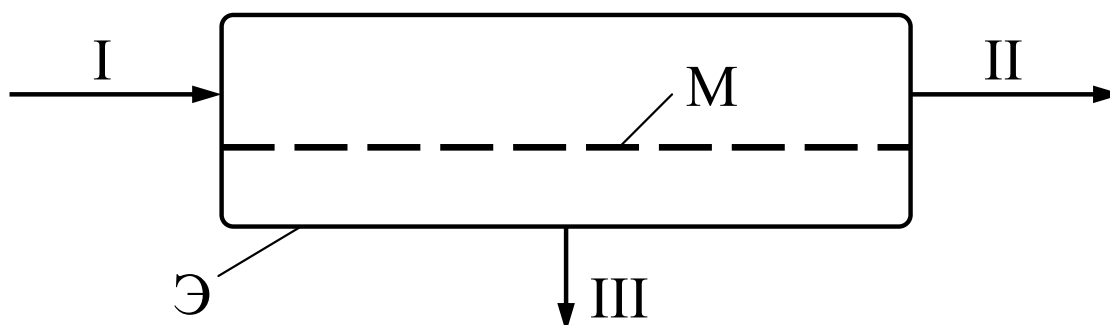


Рис. 6.1. Схема мембранного процесса разделения:  
Э – мембранный модуль (разделительный элемент), М – мембрана;  
I – исходный (сырьевой) поток, II – ретентат, III – пермеат;  
(I+II) – первая фаза (смесь), III – вторая фаза (смесь)

Все существующие мембраны делят на два больших класса – природные (биологические) и синтетические. Эти типы мембран отличаются структурно и функционально. Синтетические мембраны, которые представляют интерес в науке и технике, подразделяют на органические (полимерные и жидкие) и неорганические. Кроме того, мембраны отличаются по морфологии или структуре (и, как следствие, по механизму переноса), согласно которым их подразделяют на пористые и непористые. Среди промышленно используемых мембран широкое распространение получили так называемые асимметричные полимерные мембраны, обладающие очень тонким плотным верхним слоем толщиной менее 0,5 мкм, нанесённым на крупнопористую подложку толщиной 50–200 мкм. Такие мембраны изготавливают в плоском виде или в форме полых волокон, как правило, из эфиров целлюлозы, поликарбонатов, полисульфонов, полиамидов и полиимидов. Производят и неорганические мембраны, например, керамические на основе оксидов алюминия и циркония. Известны стеклянные и металлические мембраны.

Движущей силой при реализации мембранных процессов могут быть градиенты давления (баромембранные), концентрации (диффузионномембранные), электрического потенциала (электромембранные) и температуры (термомембранные). В табл. 6.1 перечислены некоторые мембранные процессы и их движущие силы.

Таблица 6.1

### Некоторые мембранные процессы и их движущие силы

Процесс	Фаза (смесь) 1	Фаза (смесь) 2	Движущая сила – градиент
Микрофильтрация	жидкость	жидкость	давления
Ультрафильтрация	жидкость	жидкость	давления
Обратный осмос	жидкость	жидкость	давления
Пьезодиализ	жидкость	жидкость	давления
Газоразделение	газ	газ	давления
Диализ	жидкость	жидкость	концентрации
Осмоз	жидкость	жидкость	концентрации
Первапорация	жидкость	газ (пар)	давления
Электродиализ	жидкость	жидкость	электрического потенциала
Термодиализ	жидкость	жидкость	температуры
Мембранная дистилляция	жидкость	жидкость	температуры, парциального давления

В настоящее время к промышленным мембранным процессам относят микрофильтрацию, ультрафильтрацию и обратный осмос, а также электродиализ и газоразделение. Другие перечисленные процессы (пьезодиализ, газоразделение, диализ, осмос, первапорация, электродиализ, термодиализ, мембранная дистилляция) часто называют мембранными процессами второго поколения, которым уделяется серьёзное научное внимание.

Электродиализ – это давно известный мембранный процесс, одним из первых нашедший применение в промышленности. Он реализуется в присутствии заряженных молекул и ионизированных (заряженных) мембран и используется для очистки воды от ионов, для производства хлора и каустической соды.

Обратный осмос, ультра- и микрофильтрация носят название баромембранных процессов и классифицируются по размерам разделяемых частиц (от молекул до микрочастиц, рис. 6.2), осмотическому давлению и соответственно прилагаемой разности давлений. Объектами разделения в обратном осмосе являются растворы низкомолекулярных веществ (соли,

сахара, глюкоза и др.), в ультрафильтрации – растворы высокомолекулярных веществ (макромолекулы, белки), в микрофильтрации – системы, содержащие микрочастицы, бактерии, дрожжи. Рабочее давление в этих мембранных процессах составляет: обратный осмос 10–60 бар, ультрафильтрация 1–10 бар, микрофильтрация < 2 бар.

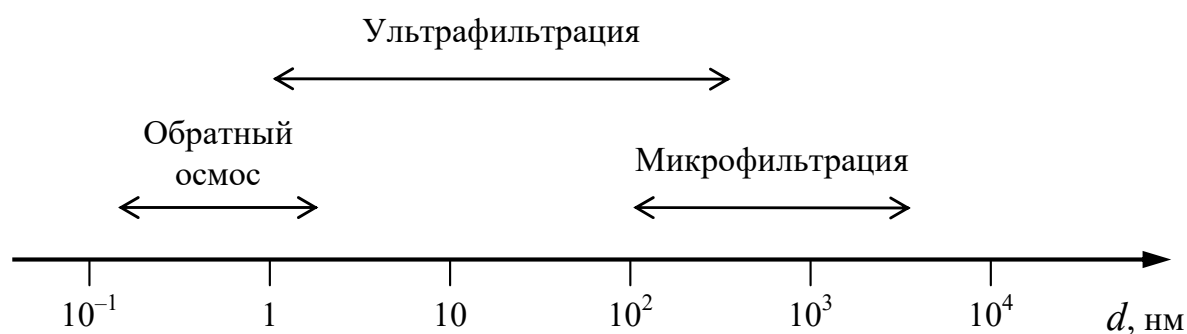


Рис. 6.2. Размер частиц  $d$ , отделяемых в процессах обратного осмоса, ультра- и микрофильтрации

Эффективность и эксплуатационные качества мембран для вышеуказанных процессов определяются двумя параметрами: селективностью (степенью задержания растворённого вещества) и потоком через мембрану (удельной производительностью). Последний часто трактуется как скорость проникновения или массопереноса и выражается как объём, прошедший в единицу времени через единицу поверхности мембраны  $\left(\frac{\text{м}^3}{\text{м}^2 \cdot \text{с}}\right)$ , либо как мольный поток через поверхность  $\left(\frac{\text{кмоль}}{\text{м}^2 \cdot \text{с}}\right)$ . Степень задержания – аналог степени поглощения при абсорбции, а удельный поток – это по существу плотность объёмного потока массы и определяется так же, как скорость фильтрования.

Поскольку удельные потоки имеют малые величины, для промышленной реализации процессов требуется большая поверхность мембран. Мембраны в том или ином виде собираются в блок, называемый модулем, а модули объединяют в установку. Существуют разные конструкции мембранных модулей, но все они сводятся к двум конфигурациям: плоской и

трубчатой. Так, в обратном осмосе обычно используют спиральные (рулонные) модули для плоских мембран и половолоконные – для мембран в виде тончайших трубок (полых волокон). В литературе [7, 8] можно найти детальные сведения о конструкциях мембранных модулей и способах их объединения в установках (каскадах).

Обратный осмос широко используется в промышленности как для очистки растворителя от низкомолекулярных неорганических и органических веществ (продукт – пермеат), так и для концентрирования растворённых веществ (продукт – ретентат). Основной областью использования обратного осмоса является очистка воды, обессоливание солоноватой и морской воды с целью получения питьевой и производство ультрачистой воды для электронной промышленности. Обратный осмос используется также на стадии концентрирования растворов в пищевой промышленности (концентрирование фруктовых соков, растворов сахара, кофе), в гальванических технологиях для концентрирования сточных вод, в молочной промышленности для концентрирования молока на начальной стадии сыроварения.

Из курса физической химии известно, что осмотическое давление возникает при контакте двух растворов (или раствора и чистого растворителя) через мембрану, проницаемую для молекул растворителя и непроницаемую для растворённого вещества. Для небольших концентраций растворённого вещества осмотическое давление  $\pi$  (Па) можно найти по уравнению Вант-Гоффа:

$$\pi = \nu \Phi c RT, \quad (6.1)$$

где  $\nu$  – число ионов, образующихся при диссоциации одной молекулы;  $\Phi$  – практический осмотический коэффициент;  $c$  – молярная концентрация раствора, кмоль/м<sup>3</sup>;  $R$  – универсальная газовая постоянная, принимаемая равной 8 314 Дж/(кмоль·К);  $T$  – абсолютная температура, К.

Для того, чтобы осуществить процесс обратного осмоса, приложенное к раствору давление должно быть больше осмотического. На рис. 6.3 представлена схема выделения практически чистой воды из раствора соли. Мембрана проницаема для растворителя (воды) и практически непрони-

цаема для растворённого вещества (соли). Для прохождения воды через мембрану приложенная разность давлений  $\Delta p$  должна быть больше разности осмотических давлений  $\Delta \pi$ . В случае, если приложенная разность давлений  $\Delta p$  меньше разности осмотических давлений  $\Delta \pi$ , наблюдается поток воды из менее концентрированного раствора в более концентрированный.

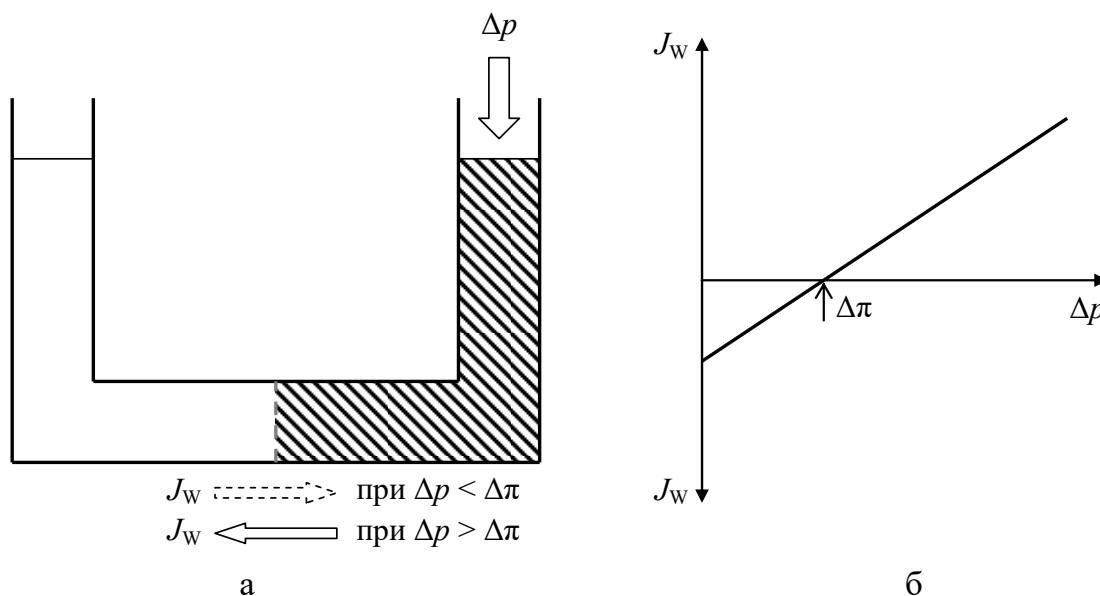


Рис. 6.3. Схема мембранного модуля (а) и зависимость эффективного водного потока  $J_w$  от перепада давлений  $\Delta p$  (б): осмос ( $\Delta p < \Delta \pi$ ) и обратный осмос ( $\Delta p > \Delta \pi$ )

Основными характеристиками обратного осмоса как процесса разделения являются: задержание (селективность) и эффективный поток воды (удельная производительность). Задержание  $R_m$  характеризует селективность мембраны по отношению к определённому растворённому компоненту:

$$R_m = \frac{c_f - c_p}{c_f} = 1 - \frac{c_p}{c_f}, \quad (6.2)$$

где  $c_f$  – концентрация растворённого компонента в исходном (сырьевом) потоке;  $c_p$  – концентрация того же компонента в пермеате.

Поскольку мембрана не идеальна, задержание всегда меньше 100 %. Общий поток через мембрану (удельная производительность) может

быть представлен как сумма потоков воды  $J_W$  и растворённого вещества  $J_S$ :

$$J_t = J_W + J_S. \quad (6.3)$$

Если мембрана высокоселективна, потоком  $J_S$  пренебрегают. Даже для мембран со сравнительно невысокой селективностью  $J_W \gg J_S$ , т.е.  $J_t \cong J_W$ .

В предположении, что растворённое вещество не проникает через мембрану, эффективный поток воды можно выразить как:

$$J_W = A_W (\Delta p - \Delta \pi), \quad (6.4)$$

где:  $J_W$  – эффективный поток воды через мембрану (удельная производительность),  $\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{с})$ ;  $A_W$  – коэффициент проницаемости воды,  $\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{Па})$ ;  $\Delta p$  – эффективная разность давлений (перепад давления через мембрану), Па;  $\Delta \pi = \pi_f - \pi_p$  – разность осмотических давлений, Па;  $\pi_f$  – осмотическое давление исходного (сырьевого) потока, Па;  $\pi_p$  – осмотическое давление пермеата, Па.

На практике мембрана всё же незначительно проницаема для растворённого вещества. Тогда реальная разность осмотических давлений будет не  $\Delta \pi$ , а  $\sigma \cdot \Delta \pi$ , где  $\sigma$  – коэффициент отражения мембраной растворённого вещества. При  $R_m < 100\%$  и  $\sigma < 1$  уравнение (6.4) принимает вид:

$$J_W = A_W (\Delta p - \sigma \cdot \Delta \pi). \quad (6.5)$$

Коэффициент проницаемости воды  $A_W$  считается константой для данной мембраны и ориентировочно принимает значения от  $5 \cdot 10^{-14}$  до  $10^{-11} \text{ м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{Па})$ .

На практике поток воды через мембрану определяют как:

$$J_W = \frac{V_p}{A \cdot t}, \quad (6.6)$$

где  $V_p$  – объём пермеата ( $\text{м}^3$ ), полученный за время  $t$  (с);  $A$  – площадь поверхности мембраны,  $\text{м}^2$ .

Поток растворённого вещества через мембрану описывается выражением:

$$J_S = B \Delta c_S = B (c_f - c_p), \quad (6.7)$$

где  $J_S$  – поток растворённого вещества, кмоль/(м<sup>2</sup>·с);  $B$  – коэффициент проницаемости растворённого компонента, м/с;  $\Delta c_S = c_f - c_p$  – разность концентраций растворённого компонента по обе стороны мембраны, кмоль/м<sup>3</sup>.

Значение коэффициента проницаемости  $B$  находится в пределах от  $5 \cdot 10^{-9}$  до  $10^{-6}$  м/с.

Из выражения (6.4) следует, что поток воды линейно увеличивается с возрастанием перепада давления. Поток растворённого вещества мало зависит от перепада давления и определяется разностью концентраций по обе стороны мембраны. Определяя концентрацию растворённого компонента в пермеате как  $c_p = \frac{J_S}{J_W}$ , можно видеть, что селективность (задержание) мембраны согласно выражению (6.2) увеличивается при повышении перепада давления.

Комбинируя уравнения (6.4), (6.7) и (6.2) для задержания (селективности)  $R_M$  можно получить выражение:

$$R_M = \frac{A_W (\Delta p - \Delta \pi)}{A_W (\Delta p - \Delta \pi) + B}. \quad (6.8)$$

**Цель работы:** экспериментальное определение удельной производительности и селективности мембраны при разделении водного раствора медного купороса обратным осмосом; изучение влияния перепада давления на мембране на удельную производительность и селективность мембраны.

### Описание установки

Схема лабораторной установки изображена на рис. 6.4.

Разделяемый раствор из ёмкости  $E$  перекачивается через мембранный модуль  $M$  плунжерным дозирующим насосом простого действия  $N$  производительностью до 10 л/мин и давлением до 100 кгс/см<sup>2</sup>. Мембранный модуль  $M$  состоит из двух фланцев, между которыми зажата ацетилцеллюлозная мембрана с площадью рабочей поверхности 56 см<sup>2</sup>.

На линии, соединяющей насос  $N$  и мембранный модуль  $M$ , установ-



лен гидроаккумулятор ГА, сглаживающий создаваемые насосом пульсации. Прошедший через мембрану пермеат покидает мембранный модуль через нижний патрубок и собирается в бьюкс Б.

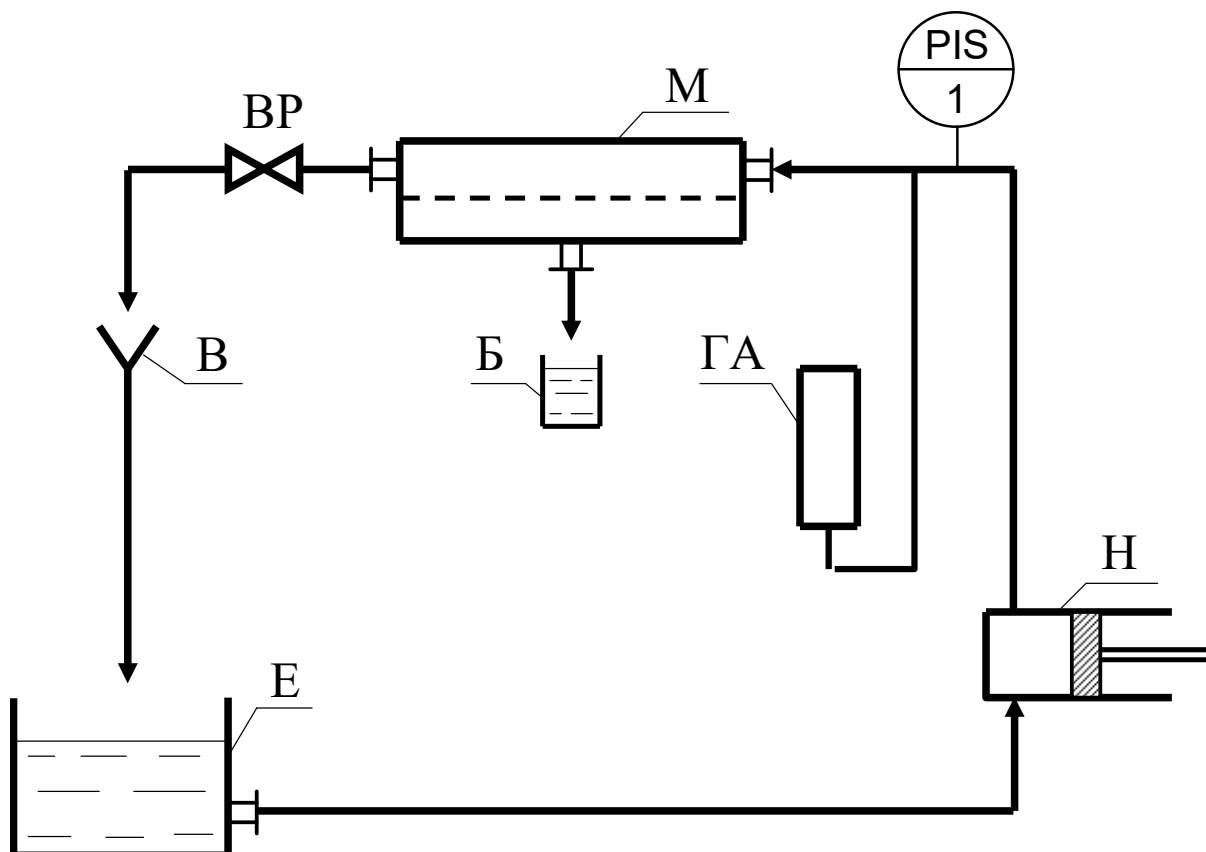


Рис. 6.4. Схема установки для разделения раствора обратным осмосом [9]:  
 М – мембранный модуль, Е – ёмкость, Н – плунжерный насос, ГА – гидроаккумулятор,  
 ВР – вентиль регулирующий, В – воронка, Б – бьюкс для пермеата

Ретентат (концентрат) выводится из мембранного модуля через боковой патрубок и, проходя через регулирующий вентиль ВР, сливается в воронку В, возвращаясь в ёмкость Е. Давление в мембранном модуле регулируется вентилем ВР и замеряется манометром (поз. 1). Манометр снабжён предохранительным устройством, отключающем насос, если давление превышает  $50 \text{ кгс/см}^2$ .

### Методика выполнения работы

Полностью откройте вентиль ВР и включите насос Н. Раствор медного купороса, проходя через мембранный модуль, будет стекать в ворон-

ку В. Промойте бюкс Б и мерные пробирки, имеющиеся на рабочем столе, аккуратно заполнив их стекающим в воронку раствором. Тщательно удалите из бюкса и мерных пробирок засохшие кристаллы медного купороса. Раствор из бюкса и мерных пробирок после промывания слейте обратно в воронку В.

В одну из мерных пробирок наберите раствор, стекающий в воронку В, и измерьте с помощью рефрактометра его показатель преломления. Поскольку при полностью открытом вентиле ВР в системе циркулирует исходный раствор, полученный показатель преломления следует занести в табл. 6.2 как общее для всех опытов значение показателя преломления исходного раствора.

Таблица 6.2

### Экспериментальные и расчётные величины

№	$\frac{\Delta p, \text{ кгс}}{\text{см}^2}$	$\Delta p, \text{ МПа}$	$V_p, \text{ см}^3$	$t, \text{ с}$	Исходный раствор				Пермеат			
					$n_D^{20}$	$\bar{x}_f, \frac{\text{кг}}{\text{кг}}$	$c_f, \frac{\text{кмоль}}{\text{м}^3}$	$\pi_f, \text{ МПа}$	$n_D^{20}$	$\bar{x}_p, \frac{\text{кг}}{\text{кг}}$	$c_p, \frac{\text{кмоль}}{\text{м}^3}$	$\pi_p, \text{ МПа}$
1												
2												
3												

№	$R_m, \%$	$J_w \cdot 10^6, \text{ м/с}$	$A_w \cdot 10^{15}, \frac{\text{м}}{\text{с} \cdot \text{Па}}$	$B \cdot 10^9, \text{ м/с}$
1				
2				
3				

Аккуратно закрывая вентиль ВР, установите заданное давление, контролируя его по манометру (поз. 1) (движение стрелки манометра совпадает с направлением вращения вентиля).

Освободите бюкс Б от пермеата, накопившегося за время установки давления, слив пермеат в воронку В. Верните бюкс под нижний патрубок мембранного модуля и зафиксируйте время начала эксперимента.

Поддерживайте заданное давление в течение всего эксперимента. В случае потери давления или выключения установки, в результате срабаты-

вания предохранителя (при резком возрастании давления выше предельного), эксперимент следует начать снова.

Соберите в бюкс Б около  $3 \text{ см}^3$  пермеата. Выключите насос, зафиксировав время окончания эксперимента. Перелейте пермеат из бюкса в мерную пробирку, чтобы точно измерить объём пермеата. Измерьте показатель преломления пермеата с помощью рефрактометра. Значения объёма пермеата, показателя преломления и времени эксперимента занесите в табл. 6.2.

Верните в магистраль установки собранный пермеат, слив его в воронку В.

Повторите эксперимент при других значениях давления.

По завершении экспериментов выключите насос и полностью откройте вентиль ВР.

### Обработка экспериментальных данных

1. Определите массовые доли сульфата меди в растворах по измеренным значениям показателя преломления исходного раствора и пермеата, воспользовавшись рис. 6.5.

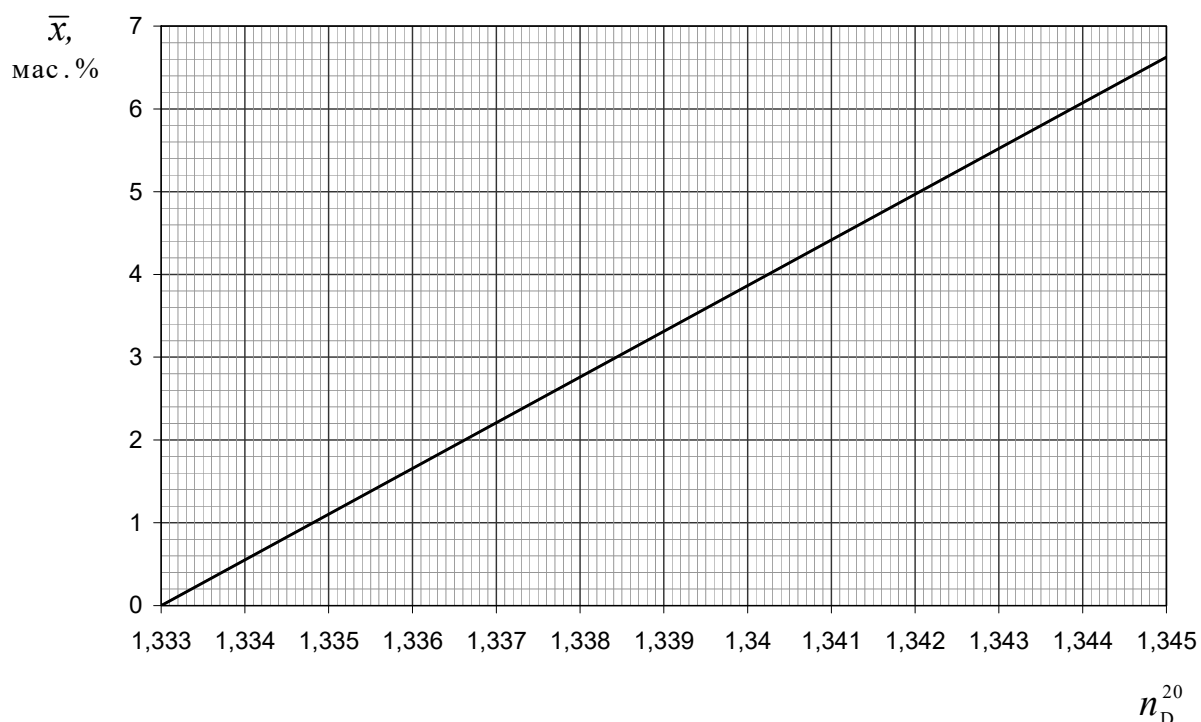


Рис. 6.5. Зависимость массовой доли  $\text{Cu SO}_4$  в его водном растворе от показателя преломления

2. Пересчитайте массовые доли сульфата меди в молярные концентрации:

$$c = \frac{\bar{x} \cdot \rho}{M_S}, \quad (6.9)$$

где  $\bar{x}$  – массовая доля сульфата меди в растворе, кг/кг;  $\rho$  – плотность водного раствора сульфата меди, кг/м<sup>3</sup>;  $M_S = 159,6$  кг/кмоль – молярная масса сульфата меди;

Плотность водного раствора сульфата меди может быть найдена по рис. 6.6, либо рассчитана по формуле:

$$\rho = \rho_{\text{вод}} \cdot (1 + 1,09 \cdot \bar{x}), \quad (6.10)$$

где  $\rho_{\text{вод}}$  – плотность воды при соответствующей температуре, кг/м<sup>3</sup>.

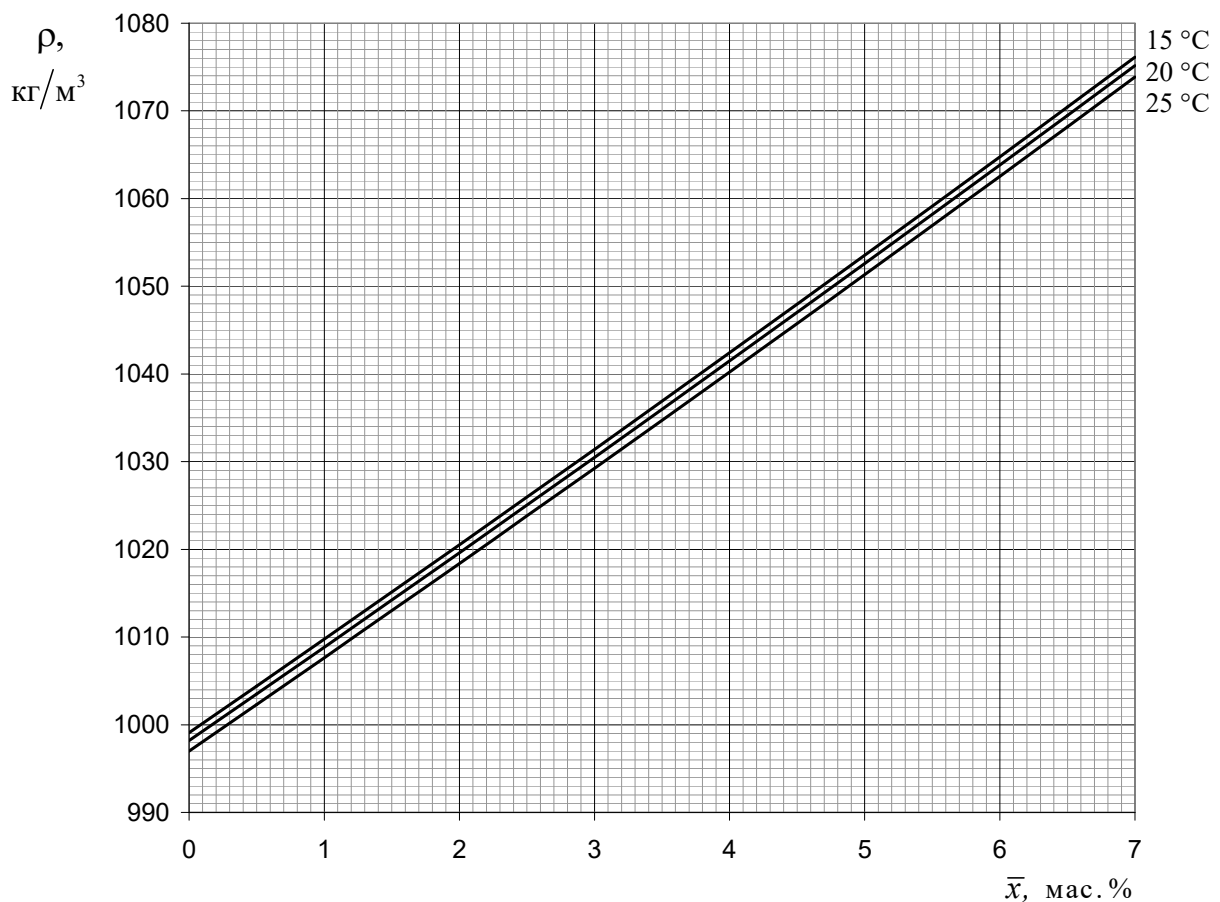


Рис. 6.6. Плотность водных растворов сульфата меди при разных температурах

При массовых долях сульфата меди менее 0,1 кг/кг погрешность расчёта по формуле (6.10) не превышает 1 %.

3. Рассчитайте селективность мембраны по формуле (6.2).

4. Определите удельную производительность мембраны по формуле (6.6).

5. Рассчитайте разность осмотических давлений  $\Delta\pi = \pi_f - \pi_p$ , воспользовавшись уравнением (6.1) и приняв практический осмотический коэффициент  $\Phi \approx 0,5$ .

6. Определите коэффициент проницаемости воды через мембрану  $A_w$ , выразив его из уравнения (6.5).

7. Проверьте соотношение (6.8), вычислив по экспериментальным данным константу  $B$  с помощью уравнения (6.7).

Рассчитанные величины занесите в табл. 6.2. Сделайте выводы о влиянии перепада давления на мембране на рассчитанные величины.

### Контрольные вопросы

1. Какие процессы химической технологии называют мембранными?
2. Перечислите типовые мембранные процессы. Какие из них в настоящее время используются в промышленности?
3. Сформулируйте основные задачи мембранного разделения.
4. Дайте определение термину "мембрана". Какие типы мембран используют в технологических процессах?
5. Перечислите движущие силы соответствующих мембранных процессов.
6. Дайте определение общему потоку через мембрану в случае процесса обратного осмоса.
7. Как практически определяют задержание и удельный поток растворителя через мембрану?
8. Прокомментируйте рис. 6.3 с точки зрения направления эффективного потока воды.
9. Рассчитайте осмотическое давление раствора хлористого натрия концентрацией 30 г/л (примерное содержание солей в морской воде).
10. Проанализируйте соотношение (6.8) с точки зрения увеличения задержания мембраной растворенного вещества.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКОРОСТИ СВОБОДНОГО ОСАЖДЕНИЯ ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ И ВСПЛЫТИЯ ПУЗЫРЕЙ В ЖИДКОСТЯХ

Определение скорости движения в жидкостях твёрдых частиц и пузырей в гравитационном поле является важной составной частью расчёта процессов осаждения, псевдооживления и барботажа. При проведении этих процессов происходит массовое (стесненное) движение твёрдых частиц и пузырей. При этом скорость такого стеснённого движения рассчитывается исходя из скорости свободного движения, т.е. движения одиночных частиц.

В начале осаждения твёрдой частицы в жидкости её движение не стационарно. Если начальная скорость частиц ( $t = 0$ ) равна нулю, то под действием гравитации она ускоряется до того момента, когда сила тяжести за вычетом силы Архимеда не уравновесится силой сопротивления среды. С этого момента движение частицы становится стационарным.

Скорость свободного осаждения изотропной твёрдой частицы при её стационарном движении может быть найдена из баланса сил, действующих на частицу:

$$\xi \cdot \rho \cdot S \cdot \frac{u^2}{2} = V_{\text{ч}} \cdot (\rho_{\text{ч}} - \rho) \cdot g, \quad (7.1)$$

где  $\xi$  – коэффициент сопротивления движению (осаждению) твёрдой частицы;  $\rho_{\text{ч}}$ ,  $\rho$  – плотность частицы и плотность жидкости соответственно, кг/м<sup>3</sup>;  $S$  – площадь проекции частицы на плоскость, перпендикулярную вектору скорости, м<sup>2</sup>;  $u$  – скорость частицы, м/с;  $V_{\text{ч}}$  – объём частицы, м<sup>3</sup>;  $g$  – ускорение свободного падения, м/с<sup>2</sup>.

В левой части уравнения (7.1) представлена сила сопротивления среды, в правой – сила тяжести за вычетом силы Архимеда. Ввиду того, что уравнение (7.1) действует только с начала стационарного движения, необходимо оценить время его установления. Это можно было бы сделать, записав уравнение движения для нестационарного случая. Но такое уравнение, даже для медленных движений имеет достаточно сложный вид и тре-

бует численного решения. Ввиду этого условия проведения опытов выбраны такие, при которых время установления стационарного режима незначительно по сравнению с общим временем осаждения.

Для сферических твердых частиц в безразмерной форме уравнение (7.1) имеет следующий вид:

$$\xi_c \cdot \text{Re}^2 = \frac{4}{3} \cdot \text{Ar}, \quad (7.2)$$

где  $\text{Re} = \frac{u \cdot d \cdot \rho}{\mu}$  – число Рейнольдса;  $d$  – диаметр частицы, м;  $\mu$  – динамический коэффициент вязкости, Па·с;  $\xi_c$  – коэффициент сопротивления сферы;  $\text{Ar} = \frac{d^3 \cdot (\rho_{\text{ч}} - \rho) \cdot \rho \cdot g}{\mu^2}$  – число Архимеда.

Коэффициент сопротивления  $\xi$  является сложной функцией от числа  $\text{Re}$ . В случае медленного движения ( $\text{Re} \leq 0,2$ ) можно пренебречь инерционными составляющими уравнения Навье–Стокса, тогда коэффициент сопротивления для сферических частиц можно определить по формуле Стокса:

$$\xi_c = \frac{24}{\text{Re}}. \quad (7.3)$$

Максимальная погрешность формулы (7.3) ( $\text{Re} = 0,2$ ) составляет 5 %.

При значениях  $\text{Re} > 0,2$  существует ряд формул для  $\xi$  разной степени приближенности. Из этого ряда можно рекомендовать следующие уравнения для сферических частиц, использование которых дает погрешность не превышающую 5 %.

При  $0,2 \leq \text{Re} \leq 400$

$$\xi_c = \frac{24}{\text{Re}} \cdot \left(1 + 0,1497 \cdot \text{Re}^{0,687}\right). \quad (7.4)$$

При  $5000 \geq \text{Re} \geq 400$

$$\xi_c = \frac{24}{\text{Re}} \cdot \left(1 + 0,0441 \cdot \text{Re}^{0,879}\right). \quad (7.5)$$

Число  $Re$  и, соответственно, скорость осаждения при  $Re \leq 0,2$  и  $Ar \leq 3,6$  находят совместным решением уравнения (7.2) и (7.3)

$$Re = \frac{Ar}{18}. \quad (7.6)$$

При числах  $Re > 0,2$  и  $Ar > 3,6$  определение  $Re$  и скорости осаждения требует совместного численного решения уравнений (7.2), (7.4), (7.5). Наиболее простым способом решения в этом случае является метод простых итераций, для которого решения системы (7.2) – (7.5) принимает форму следующих уравнений:

При  $3,6 \leq Ar \leq 300$

$$Re = \frac{\frac{4}{3} \cdot Ar - 3,6 \cdot Re^{1,687}}{24}. \quad (7.7)$$

При  $73400 \geq Ar > 300$

$$Re = \left( \frac{\frac{4}{3} \cdot Ar - 24 \cdot Re}{3,6} \right)^{0,593}. \quad (7.8)$$

При  $4 \cdot 10^{10} \geq Ar > 73400$

$$Re = \left( \frac{\frac{4}{3} \cdot Ar - 24 \cdot Re}{1,058} \right)^{0,532}. \quad (7.9)$$

В качестве первого приближения для решения уравнений (7.7) – (7.9) можно использовать величины  $Re$  определенно из следующих приближённых формул, максимальная погрешность которых составляет 20 %:

$$\text{При } 1,8 \cdot 10^{-3} \leq Ar \leq 36 \quad Re = \frac{Ar}{18}$$

$$\text{При } 36 < Ar \leq 83300 \quad Re = 0,153 \cdot Ar^{0,714}$$

$$\text{При } 83300 < Ar \leq 4 \cdot 10^{10} \quad Re = 1,74 \cdot Ar^{0,5}$$

Последующими приближениями в уравнениях (7.7) – (7.9) берутся



средние арифметические из двух предыдущих приближений. Скорость осаждения твёрдых частиц несферической формы при малых величинах числа Рейнольдса ( $Re < 0,2$ ) может быть определена исходя из скорости осаждения сферических частиц, объём которых равен объёму частицы несферической формы. В соответствии с этим, диаметр эквивалентной сферы рассчитывается по формуле:

$$d_э = \sqrt[3]{\frac{6V_ч}{\pi}}. \quad (7.10)$$

Скорость осаждения эквивалентной сферы ( $u_{э,с}$ ) находится по уравнениям (7.6) – (7.9), где вместо диаметра сферы в выражениях для чисел  $Ar$  и  $Re$  подставляется  $d_э$ . Скорость осаждения несферической частицы ( $u_н$ ) меньше скорости осаждения эквивалентной сферы, причём отношение этих скоростей зависит от параметра сферичности ( $\psi$ ), равного отношению поверхности сферы  $A_с$  к поверхности частицы  $A_ч$ .

При расчёте скорости осаждения несферической частицы коэффициенты сопротивления сферы в уравнениях (7.4) и (7.5) должны быть заменены на коэффициенты сопротивления несферической частицы ( $\xi$ ) с учётом динамического коэффициента формы ( $f_g$ ). Уравнение (7.2) для сферы заменяется на аналогичное уравнение для несферической частицы:

$$\xi \cdot Re^2 = \frac{4}{3} \cdot Ar, \quad (7.11)$$

где

$$\xi = f_g \cdot \xi_с.$$

Динамический коэффициент формы, равный отношению коэффициента сопротивления несферической частицы к коэффициенту сопротивления эквивалентной сферы, рассчитывается по следующим формулам:

При  $Re \leq 0,2$

$$f_g = \left( 0,843 \cdot \lg \frac{\psi}{0,065} \right)^{-1}. \quad (7.12)$$

При  $0,2 \leq Re \leq 2 \cdot 10^3$

$$f_g = \psi^{-0,9} \cdot Re^{0,15 \cdot \sqrt{\psi^{-1}-1}}. \quad (7.13)$$

При  $Re > 2 \cdot 10^3$

$$f_g = 1 + 11,6 \cdot (\psi^{-0,5} - 1). \quad (7.14)$$

Таким образом, исходя из формул (7.4), (7.5), (7.11), (7.12), (7.13) и (7.14) получим коэффициент сопротивления несферических частиц:

при  $0,2 < Re < 400$

$$\xi = 24 \cdot \psi^{-0,9} \left( Re^{0,15 \cdot \sqrt{\psi^{-1}-1}-1} \right) \cdot (1 + 0,1497 \cdot Re^{0,687}). \quad (7.15)$$

при  $400 < Re < 2 \cdot 10^3$

$$\xi = 24 \cdot \psi^{-0,9} \left( Re^{0,15 \cdot \sqrt{\psi^{-1}-1}-1} \right) \cdot (1 + 0,0441 \cdot Re^{0,879}). \quad (7.16)$$

при  $2 \cdot 10^3 < Re < 5 \cdot 10^3$

$$\xi = \frac{24}{Re} \cdot (1 + 11,6 \cdot \sqrt{\psi^{-0,5} - 1}) \cdot (1 + 0,0441 \cdot Re^{0,879}). \quad (7.17)$$

Расчёт скорости осаждения несферических частиц в зависимости от числа  $Re$  производится численным решением систем уравнений (7.11) и (7.15), (7.11) и (7.16), (7.11) и (7.17). Уравнения (7.15), (7.16) и (7.17) в этих системах соответствуют значению числа  $Re$ , определённого из эксперимента. Величины чисел  $Re$  и  $Ar$  рассчитываются по диаметру эквивалентной сферы.

Поскольку в экспериментах данной лабораторной работы используются также другие (кроме сфер) осесимметричные тела (диски и цилиндры), для более точных расчётов скоростей осаждения этих тел можно использовать уравнения, аналогичные тем, которые существуют для сфер (уравнения баланса сил и коэффициентов сопротивлений).

Уравнения баланса сил в случае диска  $\xi \cdot Re^2 = 2 \cdot Ar$ ; величины критериев  $Ar$  и  $Re$  определяются исходя из диаметра и толщины диска ( $d_g, h$ ):

$$\text{Ar} = \frac{d_g^2 \cdot h \cdot (\rho_u - \rho) \cdot \rho \cdot g}{\mu^2}, \quad \text{Re} = \frac{u \cdot d_g \cdot \rho}{\mu}.$$

Величины коэффициентов сопротивления при движении дисков определяются по формулам:

при  $0,01 < \text{Re} < 1,5$

$$\xi = \frac{20,4}{\text{Re}} \cdot (1 + 10^5); \quad S = -0,913 + 0,914 \cdot \lg \text{Re} - 0,025 \cdot (\lg \text{Re})^2$$

при  $1,5 < \text{Re} < 133$

$$\xi = \frac{20,4}{\text{Re}} \cdot (1 + 0,138 \cdot \text{Re}^{0,792})$$

при  $\text{Re} > 133 \quad \xi = 1,17$

Система уравнений баланса сил и коэффициентов сопротивления для дисков (как и для сфер), может быть представлена в виде уравнений, удобных для простых итераций. Например, при значениях  $1,5 < \text{Re} < 133$  расчёт скоростей осаждения дисков может быть произведён по формуле:

$$\text{Re} = 3,02 \cdot \left( \frac{\text{Ar}}{10,2} - \text{Re} \right)^{0,558}. \quad (7.18)$$

В качестве первого приближения может быть использовано число  $\text{Re}$ , полученное из значения скорости, определённой экспериментальным путём. Для последующих приближений используется средняя арифметическая из двух предыдущих.

Уравнение баланса сил в случае цилиндра, осаждающего боковой поверхностью:

$$\xi \cdot \text{Re}^2 = \frac{\pi}{2} \cdot \text{Ar}. \quad (7.19)$$

Уравнение для коэффициентов сопротивления цилиндра при векторе скорости осаждения, перпендикулярном оси цилиндра:

$$\xi = \frac{10}{\text{Re}^{0,778}} + 1,076 \text{ при } 0,1 < \text{Re} < 6 \cdot 10^3 \quad (7.20)$$

Для приближённых расчётов скоростей осаждения цилиндров можно принять коэффициент сопротивления равным 1 в следующем интервале значений  $\text{Re}$ :  $600 < \text{Re} < 6000$ .

В данной лабораторной работе используются диски, которые имеют рифлёную поверхность, которую можно рассматривать как шероховатую поверхность. Как показывает сравнение теоретических и экспериментальных величин скоростей свободного осаждения (различие которых составляет менее 5 %) шероховатость дисков не оказывает существенного влияния на скорость осаждения. Это объясняется тем, что выступы шероховатостей на дисках по высоте значительно уступают толщине ламинарного пограничного слоя.

При всплытии газовых пузырей, плотность дисперсных частиц меньше плотности жидкости, поэтому уравнение баланса сил (7.1) принимает вид:

$$\xi \cdot \rho \cdot S \cdot \frac{u^2}{2} = V_{\text{ч}} \cdot (\rho - \rho_{\text{г}}) \cdot g, \quad (7.21)$$

Условия экспериментов при изучении всплытия пузырей (как и при осаждении твёрдых частиц) выбраны так, чтобы время установления стационарного режима движения пузырей составляла незначительную долю от общего времени их всплытия.

Значения коэффициентов сопротивления при движении пузырей сильно зависит от присутствия на поверхности пузырей слоя адсорбированных поверхностно-активных веществ (ПАВ). При наличии ПАВ на поверхности пузырей во время их движения возникает градиент поверхностного натяжения, в результате чего поверхность пузырей как бы «затвердевает» и скорость движения частиц жидкости соприкасающихся с поверхностью пузырей, становится равной скорости движения пузыря. Этот эффект приводит к тому, что коэффициент сопротивления таких пузырей (например, пузырей газа в воде, содержащей незначительную концентрацию ПАВ) может быть рассчитан по формулам для движения твёрдых час-

тиц (7.3) – (7.5), если форма пузырей также сферическая.

При всплытии сферических пузырей в чистых жидкостях, когда градиент поверхностного натяжения на их поверхности отсутствует, коэффициент сопротивления всплытию может быть определен по формуле, дающей погрешность менее 4,5 %.

$$\xi = \frac{16}{\text{Re}} + \frac{32}{\text{Re} + 32}. \quad (7.22)$$

Для малых значений числа  $\text{Re}$  получим:

$$\xi = \frac{16}{\text{Re}} + 1, \quad (\text{Re} \rightarrow 0) \quad (7.23)$$

При больших величинах  $\text{Re}$ :

$$\xi = \frac{48}{\text{Re}}, \quad (\text{Re} \rightarrow \infty) \quad (7.24)$$

В отличие твёрдых частиц, форма газовых пузырей может меняться во время их движения в результате действия на поверхность пузырей выталкивающей силы Архимеда, силы сопротивления среды и силы поверхностного натяжения.

В отличие от скорости осаждения твёрдых частиц (когда их стационарное движение можно описать зависимостью чисел  $\text{Re}$ ,  $\text{Ar}$  и параметра сферичности), форму и скорость всплытия пузырей определяют числа Вебера ( $\text{We}$ ), Рейнольдса ( $\text{Re}$ ), Этвёша ( $E$ ) и Мортонна ( $M$ ).

$$\text{We} = \frac{\rho \cdot u^2 \cdot d}{\sigma}, \quad \text{Re} = \frac{u \cdot d \cdot \rho}{\mu}, \quad E = \frac{\rho \cdot g \cdot d^2}{\sigma}, \quad M = \frac{g \cdot \mu^4}{\rho \cdot \sigma^3},$$

где  $\sigma$  – коэффициент поверхностного натяжения, Н/м.

Числа  $\text{We}$ ,  $\text{Re}$ ,  $E$ ,  $M$  не являются все независимыми, поэтому можно, для описания движения пузырей использовать два варианта связи этих чисел:

$$f_1(\text{Re}, \text{We}, E) = 0$$

$$f_2(\text{Re}, M, E) = 0$$

Наиболее часто используют второй вариант. Зависимость между числами  $Re$ ,  $M$ ,  $E$  представлена на рис. 7.1, где указаны границы существования пузырей различной формы. Форма пузырей близка к сферической при малых числах  $Re$  ( $Re < 1$ ) в широком интервале значений числа  $E$ . При увеличении чисел  $Re$  и  $E$  пузыри сначала принимают форму эллипсоида, малая ось которого параллельна вектору скорости, а затем принимают форму шарового сегмента.

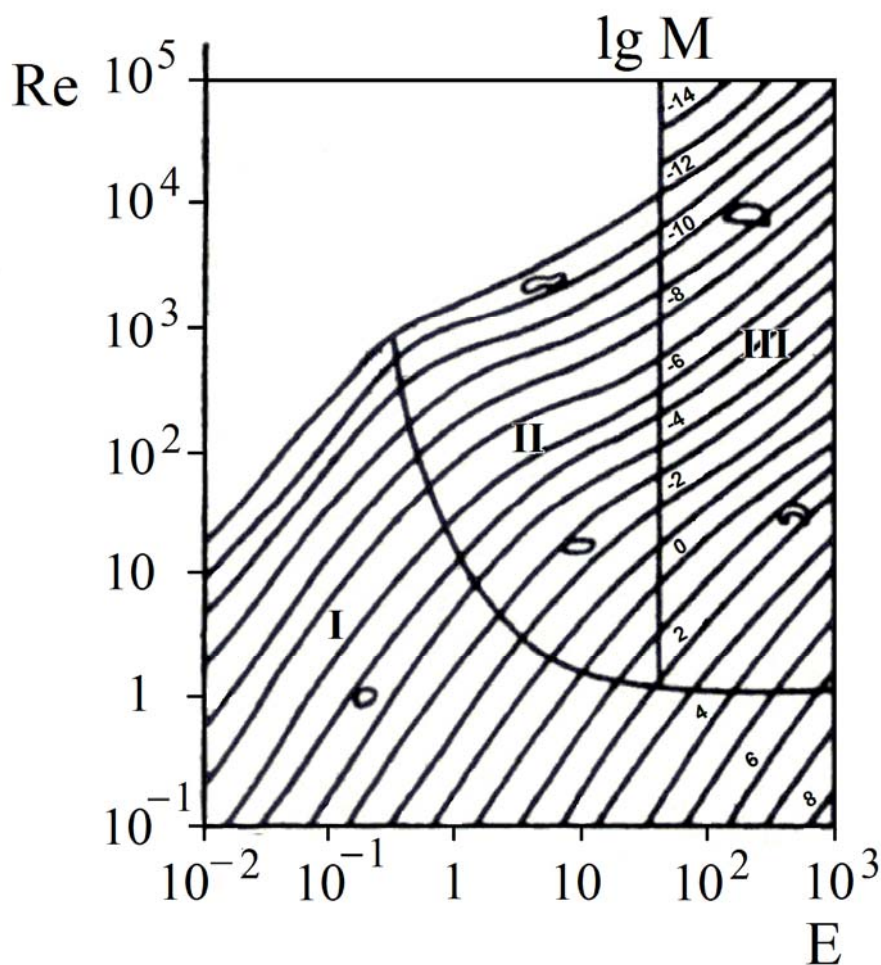


Рис. 7.1 Зависимость критерия Рейнольдса от критерия Этвёша при различных значениях критерия Мортон

Наряду с данными рис. 7.1 граница существования сферических пузырей может быть получена из условия:

$$Re \leq 1,1 \cdot M^{-0,2}, \quad (7.25)$$

Для сферических пузырей уравнение (7.20) в безразмерной форме совпадает с уравнением (7.2), в котором число Архимеда определяется по формуле:

$$\text{Ar} = \frac{d^3 \cdot (\rho - \rho_u) \cdot \rho \cdot g}{\mu^2}.$$

Подставив величину коэффициента сопротивления из (7.21) в уравнение (7.2) получим:

$$\text{Re} = \frac{-(512 - 1,333 \cdot \text{Ar})}{96} + \sqrt{\left(\frac{512 - 1,333 \cdot \text{Ar}}{96}\right)^2 + 0,889 \cdot \text{Ar}}. \quad (7.26)$$

Из числа Re находят скорость всплытия сферического пузырька.

В случае эллипсоидного пузыря или пузыря в виде шарового сегмента число Re, а следовательно, и скорость всплытия можно получить из рис. 7.1, предварительно определив величины чисел Этвёша (E) и Мортонна (M).

**Цель работы:** экспериментальное и теоретическое определение скорости осаждения твёрдых частиц различной формы и скорости всплытия пузырей.

### Описание установки

Установка состоит из трёх стеклянных цилиндров, каждый из которых заполнен одной из трёх жидкостей: водой, глицерином и трансформаторным маслом. На каждом из цилиндров есть метки, находящиеся на расстоянии 1 м друг от друга.

### Методика выполнения работы

Перед началом работы получают у учебного мастера лабораторией штангенциркуль и секундомер. Штангенциркулем измеряют размер частицы. В случае дисков измеряют диаметр и толщину. Шарик или диск отпускают над поверхностью жидкости в каждом цилиндре и секундомером определяют время его движения между двумя метками. Каждый опыт проводится дважды.

## Обработка экспериментальных данных и их сравнение с теоретическими величинами

Для шарообразных частиц, диаметр которых различен, определяют средний арифметический диаметр, среднее время осаждения и среднюю скорость движения частиц. Для дисков определяют среднее время движения и среднюю скорость.

Для сферических частиц расчёт теоретических значений скоростей осаждения проводят в следующей последовательности:

1. Определяют число  $Ar$
2. В соответствии с числом  $Ar$  по формулам (7.6) – (7.9) определяют число  $Re$ , из которого находят теоретическую скорость осаждения частиц и вычисляют относительную погрешность экспериментальной скорости осаждения.

Опытные и теоретические данные заносят в табл. 7.1.

Таблица 7.1

### Результаты эксперимента и расчёта

Жидкость	№ опыта	Частица	Диаметр, толщина, мм	Диаметр эквивалентного шара, мм	Время осаждения, с	Экспериментальная скорость, м/с	Средняя экспериментальная скорость, м/с	Теоретическая скорость, м/с	Относительная погрешность
Глицерин	1								
	2								
Трансформаторное масло	1								
	2								
Вода	1								
	2								



Для определения размеров всплывающих пузырей производят их фотографирование с последующей компьютерной обработкой снимков в увеличенном масштабе.

### **Контрольные вопросы**

1. Каковы условия установления стационарного осаждения частицы?
2. Какое значение площади ( $S$ ) используется в уравнении баланса сил?
3. Сформулируйте физический смысл чисел  $Re$  и  $Ag$ .
4. Какова граница медленного движения, принятая в данной работе?
5. Дайте определение эквивалентной сферы.
6. Что такое динамический коэффициент формы и параметр сферичности?
7. В чём отличие стеснённого и свободного осаждения?
8. Сформулируйте схему расчёта скорости осаждения сферической и несферической частицы.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8

### ГИДРОДИНАМИКА НЕПОДВИЖНОГО И ПСЕВДООЖИЖЕННОГО ЗЕРНИСТОГО СЛОЯ

Процессы взаимодействия газов или капельных жидкостей со слоем дисперсных твёрдых частиц, находящихся в «кипящем» (псевдоожигенном) состоянии, получили значительное распространение. Аппараты с кипящим слоем используются для перемещения и смешивания сыпучих материалов, для проведения процессов обжига, теплообмена, сушки, адсорбции, каталитических и других процессов.

Широкое распространение указанных процессов обусловлено рядом преимуществ, главными из которых являются низкое гидравлическое сопротивление псевдоожигенного слоя и высокие удельные поверхности контакта фаз, обусловленные малым размером дисперсной твёрдой фазы. Как следствие, скорость протекания многих процессов увеличивается.

При относительно небольших скоростях зернистый слой остается неподвижным (рис. 8.1а), и его характеристики (удельная поверхность, порозность, высота и т.д.) не меняются с изменением скорости потока. Однако, когда скорость достигает некоторой критической величины (скорость начала псевдоожигения  $v_{кр}$ ), слой перестаёт быть неподвижным, его порозность и высота начинают увеличиваться, слой приобретает текучесть и переходит как бы в кипящее (псевдоожигенное) состояние. В таком слое твёрдые частицы интенсивно перемещаются в потоке в различных направлениях (рис. 8.1б), и весь слой напоминает кипящую жидкость. При дальнейшем увеличении скорости потока порозность слоя и его высота продолжают возрастать вплоть до того момента, когда скорость достигает нового критического значения (скорость уноса), при котором слой разрушается и твёрдые частицы начинают уноситься потоком (рис. 8.1в). Явление массового уноса твёрдых частиц потоком газа называют пневмотранспортом и используют в промышленности для перемещения сыпучих материалов.

Псевдоожигение монодисперсного слоя характеризуется определённым значением критической скорости  $v_{кр}$ , при которой осуществляется пе-

реход слоя в псевдооживенное состояние, а переход полидисперсного слоя в псевдооживенное состояние характеризуется определённым интервалом скоростей. При этом нижний предел интервала соответствует переходу в состояние псевдооживения мелких частиц, а верхний предел – полному псевдооживению слоя.

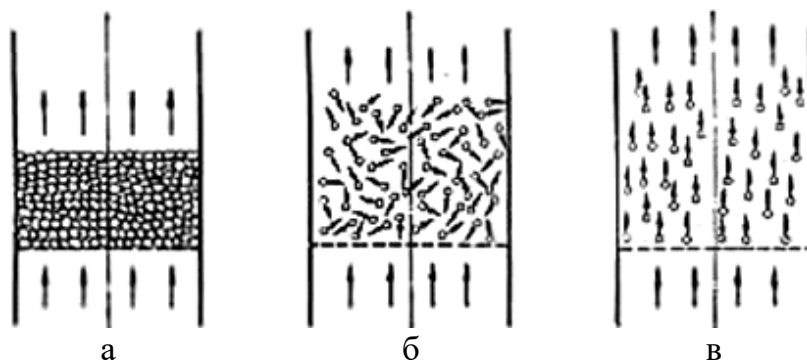


Рис. 8. 1. Движение газа (жидкости) через слой твердых частиц:  
 а – неподвижный слой; б – кипящий (псевдооживенный слой);  
 в – унос твердых частиц потоком

Состояние зернистого слоя может быть представлено в виде зависимости гидравлического сопротивления слоя  $\Delta p$  от скорости псевдооживяющего потока.

На рис. 8.2а показана зависимость для монодисперсного слоя.

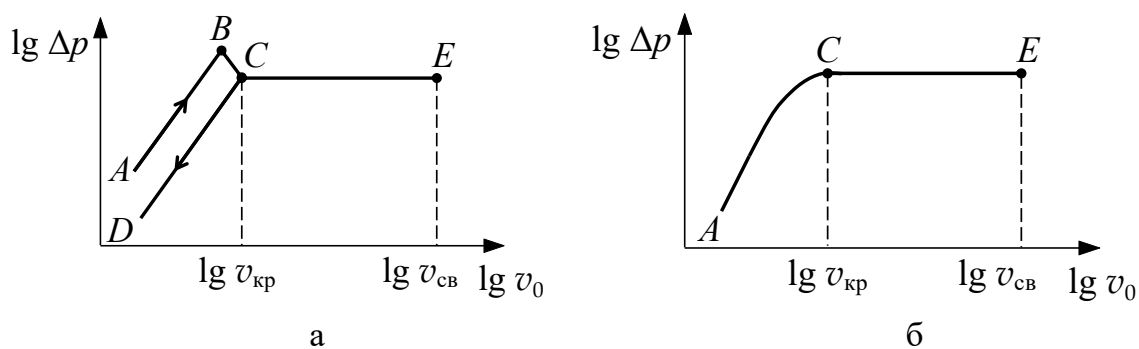


Рис. 8.2. Зависимость гидравлического сопротивления от скорости потока:  
 а – монодисперсный слой, б – полидисперсный слой

По мере возрастания скорости потока увеличивается гидравлическое сопротивление неподвижного слоя. Начало псевдооживения наступает при равенстве силы гидравлического сопротивления слоя весу всех его частиц (рис. 8. 2а). Однако в действительности перепад давлений в слое,

соответствующий точке В (рис. 8.2а), т.е. непосредственно перед началом псевдооживления (точка С), несколько больше, чем это необходимо для поддержания слоя во взвешенном состоянии. Это объясняется действием сил сцепления между частицами слоя, находящегося в покое. Когда скорость потока достигает значения  $v_{кр}$ , частицы преодолевают силы сцепления и перепад давлений становится равным весу частиц, приходящемуся на единицу площади поперечного сечения аппарата.

Из рис. 8.2а видно, что указанное условие равенства перепада давлений весу частиц выполняется для всей области существования псевдооживленного слоя (линия СЕ), вплоть до того момента, когда скорость становится такой, при которой слой разрушается и начинается массовый унос частиц потоком. Эту скорость называют скоростью уноса (или скоростью свободного витания частиц) и обозначают символом  $v_{св}$ .

Пределы существования псевдооживленного слоя ограничены, следовательно, снизу – скоростью начала псевдооживления – критической скоростью  $v_{кр}$ , и сверху – скоростью свободного витания  $v_{св}$ .

На рис. 8.2б показана зависимость гидравлического сопротивления неподвижного и псевдооживленного слоя для полидисперсных материалов. Размытость начала псевдооживления для полидисперсного слоя объясняется тем, что для разных фракций материала псевдооживление начинается при различных скоростях.

Гидравлическое сопротивление слоя при фильтрации газа через неподвижный слой может быть рассчитано по уравнению Эргуна:

$$\Delta p = 150 \cdot \frac{(1 - \varepsilon_0)^2}{\psi^2 \cdot \varepsilon_0^3} \cdot \frac{h_0}{d_0^2} \cdot \mu_{г} \cdot v_0 + 1,75 \frac{1 - \varepsilon_0}{\psi \cdot \varepsilon_0^3} \cdot \frac{h_0}{d_0} \rho_{г} v_0^2, \quad (8.1)$$

где  $v_0$  – фиктивная скорость потока, м/с;  $\rho_{г}$  – плотность газа, кг/м<sup>3</sup>;  $\mu_{г}$  – динамическая вязкость газа, Па·с;  $h_0$  – высота слоя в неподвижном состоянии, м;  $d_0$  – размер частицы (диаметр эквивалентного шара), м;  $\varepsilon_0 = 1 - \frac{\rho_{нас}}{\rho_{ч}}$  – порозность слоя в неподвижном состоянии;  $\rho_{нас}$  – насыпная плотность слоя, кг/м<sup>3</sup>;  $\rho_{ч}$  – плотность частицы, кг/м<sup>3</sup>;  $\psi$  – параметр сферич-

ности.

Перед началом псевдооживления объём неподвижного слоя немного возрастает, поэтому порозность слоя  $\varepsilon_{кр}$  при скорости, равной  $v_{кр}$ , примерно на 10 % выше, чем порозность неподвижного слоя при  $v_0 = 0$ :

$$\varepsilon_{кр} = 1,1 \cdot \varepsilon_0. \quad (8.2)$$

Равенство гидравлического сопротивления неподвижного слоя весу частиц, отнесённому к площади поперечного сечения аппарата при скорости потока, равной  $v_{кр}$ , приводит к следующему квадратному уравнению относительно критического значения числа Рейнольдса:

$$Ar = \frac{150 \cdot (1 - \varepsilon_{кр})}{\psi^2 \cdot \varepsilon_{кр}^3} \cdot Re_{кр} + \frac{1,75}{\psi \cdot \varepsilon_{кр}^3} \cdot Re_{кр}^2, \quad (8.3)$$

где  $Ar = \frac{d_0^3 \cdot g \cdot \rho_{г}^2}{\mu_{г}^2} \cdot \frac{\rho_{ч} - \rho_{г}}{\rho_{г}}$  – число Архимеда;  $Re_{кр} = \frac{v_{кр} \cdot d_0 \cdot \rho_{г}}{\mu_{г}}$  – критическое число Рейнольдса;  $g$  – ускорение свободного падения,  $m/c^2$ .

Для слоёв с небольшой полидисперсностью  $Re_{кр}$  может быть определено из уравнения (8.3) при подстановке в число Архимеда величины среднего диаметра, определяемого по формуле:

$$d_{ср} = \left( \sum_1^N \frac{n_i}{d_i} \right)^{-1}, \quad (8.4)$$

где  $d_i$  – диаметр  $i$ -й фракции,  $n_i$  – массовая доля  $i$ -й фракции.

Величина критической скорости начала псевдооживления определяется из значения  $Re_{кр}$ :

для монодисперсного слоя

$$v_{кр} = \frac{Re_{кр} \cdot \mu_{г}}{d_0 \cdot \rho_{г}}, \quad (8.5)$$

и для полидисперсного слоя

$$v_{\text{кр}} = \frac{\text{Re}_{\text{кр}} \cdot \mu_{\Gamma}}{d_{\text{ср}} \cdot \rho_{\Gamma}} . \quad (8.6)$$

Скорость свободного витания, равная скорости начала уноса частиц из слоя, может быть рассчитана как скорость свободного осаждения частиц. Формулы для расчёта скорости свободного осаждения частиц приводятся в описании лабораторной работы 7 «Определение скорости свободного осаждения твёрдых частиц и всплытия пузырей в жидкостях». Скорость уноса из полидисперсных слоёв определяется по диаметру наименьших частиц.

Гидравлическое сопротивление псевдооживленного слоя определяется по уравнению:

$$\Delta p_{\text{пс}} = h_0 \cdot (1 - \varepsilon_0) \cdot (\rho_{\text{ч}} - \rho_{\Gamma}) \cdot g . \quad (8.7)$$

**Цель работы:** визуальное ознакомление с псевдооживленным состоянием слоя зернистого материала; экспериментальное определение скорости начала псевдооживления  $v_{\text{кр}}$  и гидравлического сопротивления неподвижного и “кипящего” слоя; сопоставление экспериментальных и расчётных величин; расчёт скорости свободного витания.

### Описание установки

Схема лабораторной установки изображена на рис. 8.3.

Основными элементами лабораторной установки являются колонны  $K_1$  и  $K_2$  внутренним диаметром 105 мм каждая. В средней части каждой колонны на опорной решётке помещён зернистый материал. Характеристики материалов приводятся в табл. 8.1.

Высота зернистого слоя в неподвижном состоянии измеряется линейкой.

Перепад давлений в точках до слоя и после него измеряется U-образными дифференциальными манометрами (поз. 1, 2), заполненными водой.

### Характеристики зернистых материалов

Характеристика	Колонка 1	Колонка 2
Материал частиц	полиэтилен	активный уголь ФАС
Плотность частиц $\rho_{ч}$ , кг/м <sup>3</sup>	832	765
Размер частиц (диаметр эквивалентного шара), мм	3,9	2,1 (средний диаметр)
Параметр сферичности	$\cong 0,80$	—
Насыпная плотность $\rho_{нас}$ , кг/м <sup>3</sup>	490	460

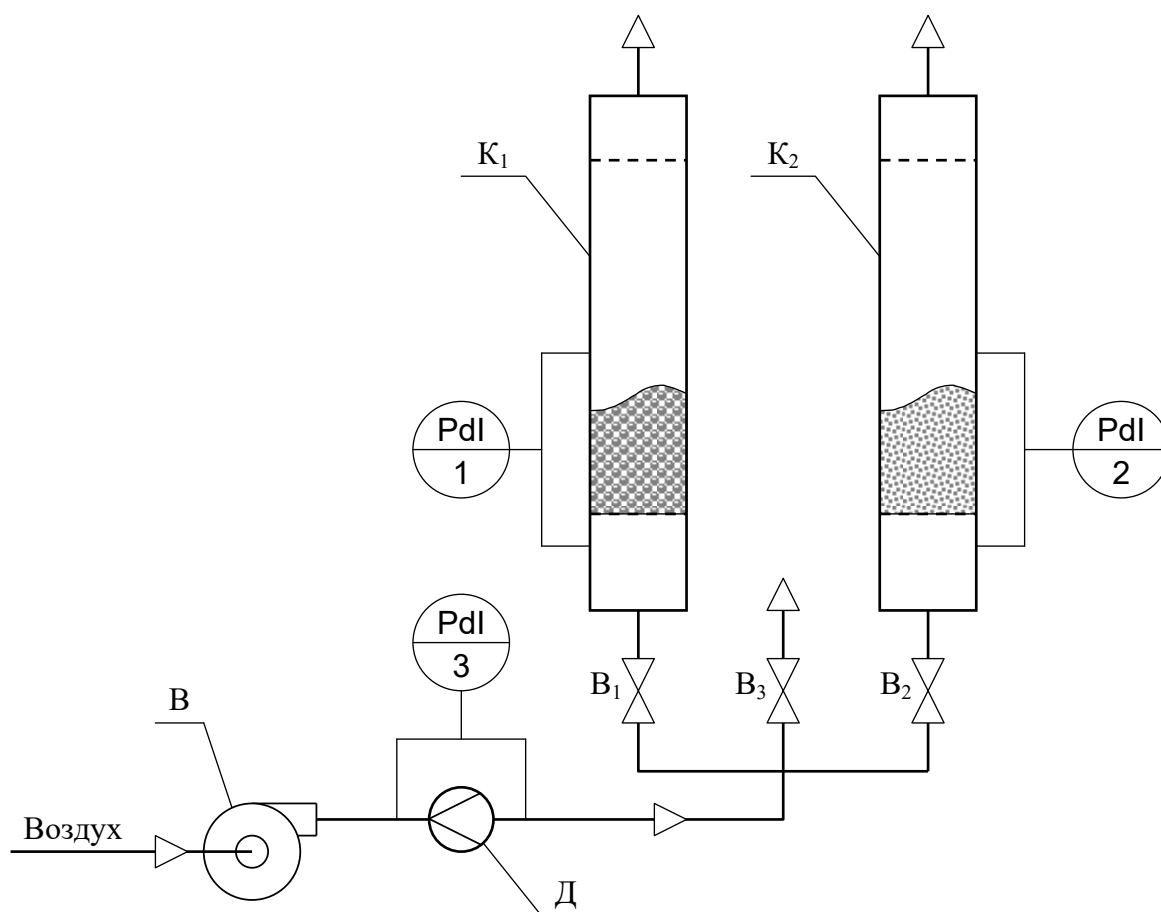


Рис. 8.3. Схема лабораторной установки для исследования гидродинамики зернистого слоя [10]:

В – воздуходувка, Д – диафрагма, К<sub>1</sub> – К<sub>2</sub> – колонны, В<sub>1</sub> – В<sub>3</sub> – вентили

Воздух воздуходувкой В подаётся поочередно либо в колонну К<sub>1</sub>, либо в колонну К<sub>2</sub> с помощью вентиля В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub>. Сброс воздуха, подаваемого по общей линии, осуществляется вентиля В<sub>3</sub>. На линии подачи воздуха установлена измерительная диафрагма Д, соединённая с U-образным дифференциальным манометром (поз. 3), заполненным водой.

Расход воздуха определяется по калибровочному графику, приведённому на рис. 8.4.

### Методика выполнения работы

1. Измерьте линейкой высоту зернистых слоёв в неподвижном состоянии.

2. Перед началом работы закройте вентили В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub> и откройте вентиль В<sub>3</sub>.

3. Приоткрыв вентиль В<sub>1</sub> или В<sub>2</sub>, в зависимости от исследования зернистого слоя полиэтилена или активного угля, зафиксируйте показания манометра, соединённого с диафрагмой  $\Delta h_m$ , и манометра, измеряющего гидравлическое сопротивление слоя  $\Delta p_{сл}$ .

4. Увеличивая степень открытия вентиля В<sub>1</sub> или В<sub>2</sub> и, в дальнейшем, при необходимости, уменьшая степень закрытости вентиля В<sub>3</sub>, зафиксируйте новые показания манометров. Опыты продолжайте до определяемого визуально начала псевдооживления. Это начало соответствует  $v_{кр}$ . Полученных таким образом экспериментальных точек для неподвижного слоя должно быть не менее 4 – 5.

5. После перехода зернистого слоя в псевдооживленное состояние гидравлическое сопротивление его не изменяется. Проследите постоянство гидравлического сопротивления  $\Delta p_{сл}$  при увеличении фиктивной скорости воздуха. Последнее измерение проведите при максимальном расходе воздуха, т.е. при полностью открытых вентилях В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub> и полностью закрытом вентиле В<sub>3</sub>.

6. Выключите воздуходувку и закройте вентили В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub>.

### Обработка экспериментальных данных

1. По рис. 8.4 определите объёмный расход воздуха для каждой экспериментальной точки.



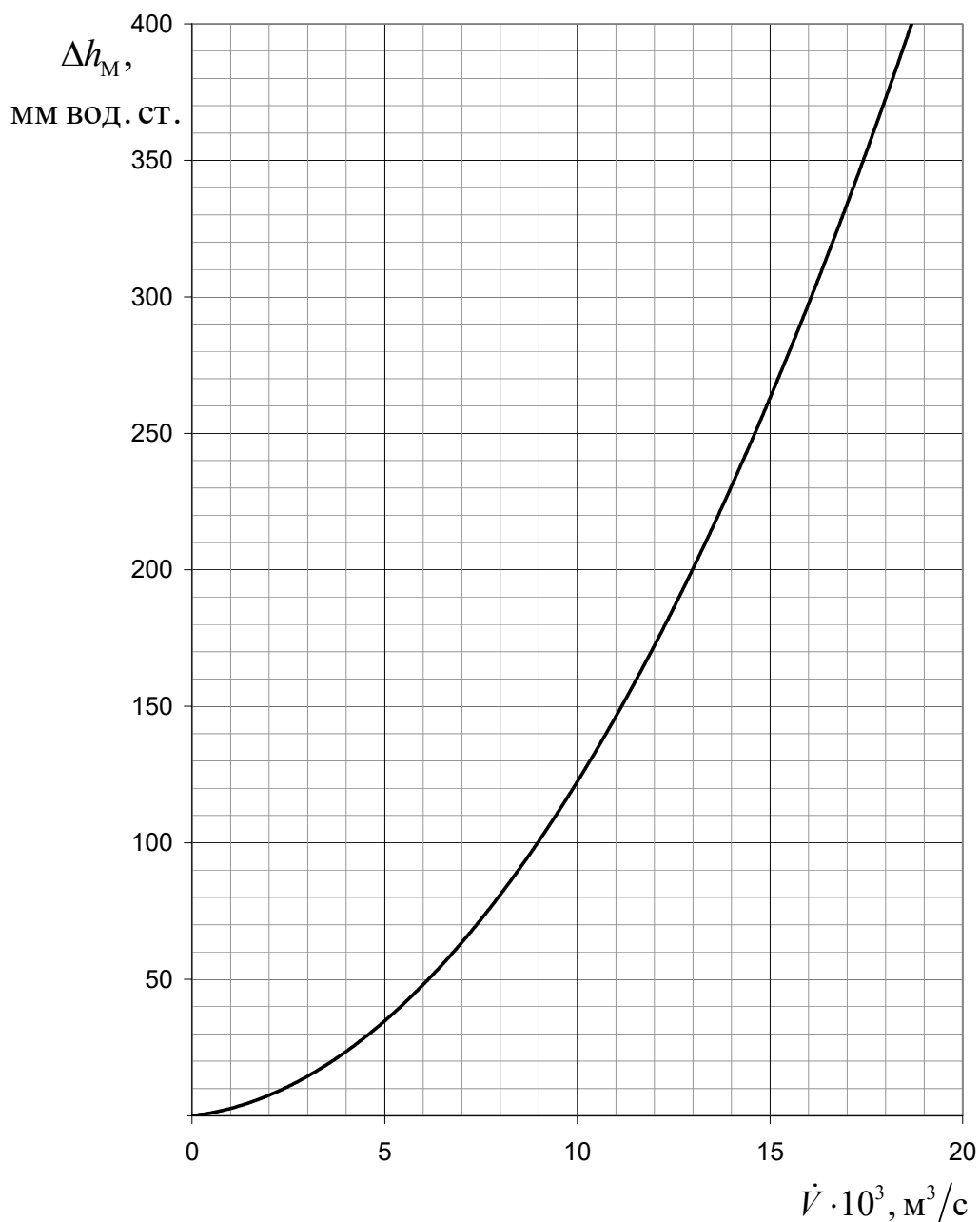


Рис. 8.4. Калибровочный график зависимости сопротивления диафрагмы от расхода воздуха [10]

2. По уравнению расхода рассчитайте фиктивную скорость для каждой точки.
3. Результаты измерений и расчётов занесите в табл 8.2.
4. Постройте графики зависимости гидравлического сопротивления  $\Delta p_{\text{сд}}$  от фиктивной скорости потока  $v_0$ . Для монодисперсного слоя поли-

этилена определите экспериментальное значение скорости начала псевдоожигения  $v_{кр}$ . Для полидисперсного слоя активного угля определите точку перехода в псевдоожигенное состояния всех частиц слоя, которая аналогична точке С на рис. 8.2б.

Таблица 8.2

**Экспериментальные и расчётные величины**

№ п/п	$\Delta h_M$ , мм вод. ст.	$\dot{V}$ , м <sup>3</sup> /с	$v_0$ , м/с	$\Delta p_{сл}$ , мм вод. ст.
1.				
2.				
...				
<i>n</i>				

5. Для монодисперсного слоя полиэтилена рассчитайте скорость начала псевдоожигения  $v_{кр}$  по формуле (8.5) используя (8.2), (8.3). Сопоставьте рассчитанное и экспериментальное значение этой скорости.

Для полидисперсного слоя активного угля рассчитайте параметр сферичности  $\psi$  по уравнению (8.3) используя (8.2), подставив в  $Re_{кр}$  значение среднего диаметра частиц угля  $d_{ср}$ .

6. Для монодисперсного слоя полиэтилена рассчитайте гидравлическое сопротивление неподвижного слоя  $\Delta p$  по уравнению (8.1) при двух значениях фиктивной скорости  $v_0$  и сопоставьте эти значения с величинами, определёнными опытным путём при тех же фиктивных скоростях.

7. По уравнению (8.7) определите гидравлическое сопротивление псевдоожигенных слоёв полиэтилена и активного угля и сопоставьте эти значения с экспериментально найденными.

8. По формулам, приведённым в описании лабораторной работы 7 «Определение скорости свободного осаждения твёрдых частиц и всплытия пузырей в жидкостях», рассчитайте скорости свободного витания для слоёв полиэтилена и активного угля (для диаметра наименьших частиц угля  $d_{min} = 1,5$  мм).

9. Сделайте выводы по проделанной работе.

### **Контрольные вопросы**

1. Какие процессы, проводимые в псевдооживленных слоях, вы знаете?
2. В чём заключается отличие однородного и неоднородного псевдооживления?
3. Дайте определение порозности и удельной поверхности слоя.
4. Как объяснить начало псевдооживления и уноса частиц исходя из равновесия сил?
5. Как рассчитать скорость начала псевдооживления и скорость уноса?
6. Равна ли порозность слоя при нулевой скорости потока порозности при скорости начала псевдооживления?
7. Как изменяются объём псевдооживленного слоя и его порозность при увеличении фиктивной скорости воздуха?
8. Какова связь насыпной плотности слоя и плотности частицы?
9. К какой модели структуры потоков приближается движение твёрдых частиц в псевдооживленном слое? Как структура потоков ограничивает применение псевдооживления в массообменных процессах?

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 9

### ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ФИЛЬТРОВАНИЯ СУСПЕНЗИЙ

Скоростью фильтрации называют объём фильтрата, получаемый в единицу времени с единицы поверхности фильтра. Она зависит от движущей силы (разности давлений, созданной в системе), гидравлического сопротивления пористого материала и вязкости жидкости, входящей в состав суспензии.

При разделении суспензий фильтрованием на пористой перегородке с образованием слоя осадка, также являющегося пористым материалом, скорость фильтрации ( $v_\phi$ ) может быть выражена уравнением Рута–Кармана:

$$v_\phi = \frac{dV_\phi}{A dt} = \frac{\Delta p}{\mu(R_{oc} + R_{\phi.п.})} = \frac{\Delta p}{\mu(r_{oc} \cdot h_{oc} + R_{\phi.п.})}, \quad (9.1)$$

где  $V_\phi$  – объём фильтрата,  $m^3$ ;  $A$  – площадь поверхности фильтрации,  $m^2$ ;  $t$  – время фильтрации, с;  $\Delta p$  – разность давлений, Па;  $\mu$  – вязкость фильтрата, Па·с;  $R_{oc}$  – сопротивление слоя осадка,  $m^{-1}$ ;  $R_{\phi.п.}$  – сопротивление фильтровальной перегородки,  $m^{-1}$ ;  $r_{oc}$  – удельное сопротивление слоя осадка,  $m^{-2}$ ;  $h_{oc}$  – высота слоя осадка, м.

Высота осадка может быть выражена через объём фильтрата:

$$h_{oc} = \frac{V_{oc}}{A} = \kappa_{oc} \cdot \frac{V_\phi}{A}, \quad (9.2)$$

где  $\kappa_{oc} = \frac{V_{oc}}{V_\phi}$  – отношение объёма осадка к объёму фильтрата.

Материальный баланс процесса фильтрации представляет собой систему уравнений:

$$\begin{cases} m_c = m_{oc} + m_\phi \\ m_c \cdot \bar{x}_c = m_{oc} \cdot \bar{x}_{oc} + m_\phi \cdot \bar{x}_\phi, \end{cases} \quad (9.3)$$

где  $m_c$ ,  $m_{oc}$  и  $m_\phi$  – масса разделяемой суспензии, масса оставшегося на

фильтровальной перегородке осадка и масса прошедшего через перегородку фильтрата, соответственно, кг;  $\bar{x}_c$ ,  $\bar{x}_{oc}$  и  $\bar{x}_\phi$  – массовые доли твёрдой фазы в суспензии, осадке и фильтрате, соответственно.

Процесс фильтрования в производственной практике может проводиться в различных режимах: при постоянной движущей силе (перепаде давления) и уменьшающейся скорости фильтрования; при постоянной скорости фильтрования за счёт возрастания движущей силы; при переменных скорости фильтрования и движущей силе. Если фильтрование проводится при постоянной движущей силе и постоянной температуре ( $T = \text{const}$ ), и  $r_{oc}$  и  $R_{\phi.п.}$  также остаются постоянными, то переменными в уравнении (9.1) являются объём фильтрата (меняющийся от 0 до  $V_\phi$ ) и время фильтрования (меняющееся от 0 до  $t$ ). Разделяем переменные в уравнении (9.1) и интегрируем его в указанных пределах:

$$\int_0^{V_\phi} \mu \left( r_{oc} \cdot \kappa_{oc} \cdot \frac{V_\phi}{A} + R_{\phi.п.} \right) dV_\phi = \int_0^t \Delta p \cdot A \cdot dt. \quad (9.4)$$

Произведя интегрирование, получим:

$$\mu \cdot r_{oc} \cdot \kappa_{oc} \cdot \frac{V_\phi^2}{2 \cdot A} + \mu \cdot R_{\phi.п.} \cdot V_\phi = \Delta p \cdot A \cdot t, \quad (9.5)$$

откуда выражаем время фильтрования:

$$t = \frac{\mu r_{oc} \kappa_{oc}}{2 A^2 \Delta p} \cdot V_\phi^2 + \frac{\mu R_{\phi.п.}}{A \Delta p} \cdot V_\phi. \quad (9.6)$$

Таким образом, соотношение между временем проведения процесса фильтрования и объёмом полученного фильтрата определяется уравнением:

$$t = M_\phi \cdot V_\phi^2 + N_\phi \cdot V_\phi, \quad (9.7)$$

где  $M_\phi = \frac{\mu r_{oc} \kappa_{oc}}{2 A^2 \Delta p}$  – первая константа фильтрования, с/м<sup>6</sup>;  $N_\phi = \frac{\mu R_{\phi.п.}}{A \Delta p}$  –

вторая константа фильтрования, с/м<sup>3</sup>.

Квадратное (относительно  $V_{\phi}$ ) уравнение (9.7) может быть приведено к линейному виду:

$$\frac{t}{V_{\phi}} = M_{\phi} \cdot V_{\phi} + N_{\phi}, \quad (9.8)$$

Линию уравнения (9.8) строят графически на основе экспериментальных точек (рис. 9.1), при этом по оси абсцисс откладывают объём фильтрата  $V_{\phi}$ , по оси ординат  $\frac{t}{V_{\phi}}$ . Проведённая через экспериментальные точки прямая позволяет найти первую константу фильтрования как тангенс угла наклона прямой  $M_{\phi} = \operatorname{tg} \alpha$ , а вторую константу фильтрования  $N_{\phi}$  как отрезок, отсекаемый прямой на оси ординат.

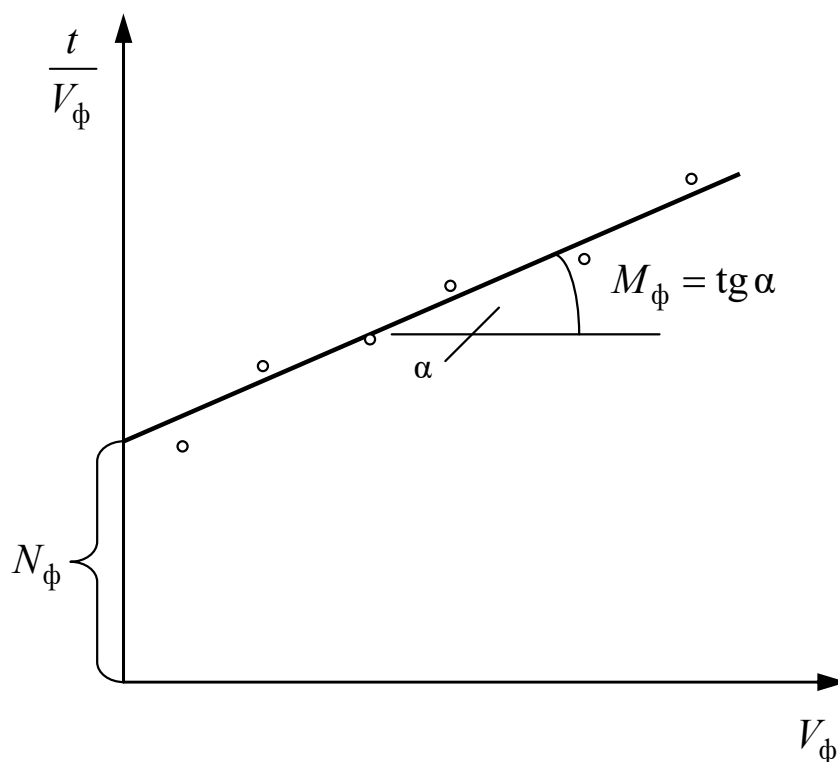


Рис. 9.1. Определение констант фильтрования графическим методом

**Цель работы:** экспериментальное определение удельного сопротивления слоя осадка и сопротивления фильтровальной перегородки при фильтровании водной суспензии карбоната кальция при различных движущих силах (разностях давления) и температурах.

## Описание установки

Экспериментальное определение удельного сопротивления осадка  $r_{oc}$ , сопротивления фильтровальной перегородки  $R_{ф.п.}$  и соотношение объёмов осадка и фильтрата  $\kappa_{oc}$  осуществляется на простейших фильтровальных модулях, с помощью которых воспроизводят работу элемента поверхности промышленного фильтра. Эксперимент заключается в определении значений объёмов фильтрата  $V_{ф}$  и соответствующих им значений времени фильтрования  $t$ .

Схема лабораторной установки фильтрования изображена на рис. 9.2. Фильтрование проводится с помощью погружной фильтровальной воронки  $\Phi$ , устройство которой представлено на рис. 9.3. Погружная воронка в данном случае моделирует работу одной из ячеек барабанного вакуум-фильтра [3].

В погружной воронке 1 имеется съёмная опорная решётка 3, на которую накладывается фильтровальная перегородка 2, выполненная из ткани. Опорная решётка и ткань зажимаются с помощью гайки 4.

Исходная суспензия находится в термостатируемой ёмкости  $E$ , куда для проведения фильтрования погружается воронка  $\Phi$ . Для выравнивания концентрации твёрдой фазы по объёму ёмкости и предотвращения осаждения твёрдой фазы на дно ёмкости последняя оборудована лопастной мешалкой  $M$ .

Регулирование температуры суспензии в ёмкости  $E$  осуществляется следующим образом. Вода погружным насосом ПН, установленным в термостате  $T$ , подаётся в змеевик 3 ёмкости  $E$ , после чего возвращается обратно в термостат. Температура воды регулируется с помощью контактного термометра (поз. 1), включающего электронагреватель ЭН, когда температура опускается ниже заданной, и отключающего его при достижении требуемой температуры.

Процесс фильтрования проводится под вакуумом, создаваемым за фильтровальной перегородкой с помощью водоструйного насоса  $H$ . Изменение вакуума производится вакуумметром (поз. 2). Расход воды, подаваемой из водопровода в водоструйный насос, регулируется вентилем  $B$ , а давление воды перед насосом измеряется манометром (поз. 3).

Водопроводная вода

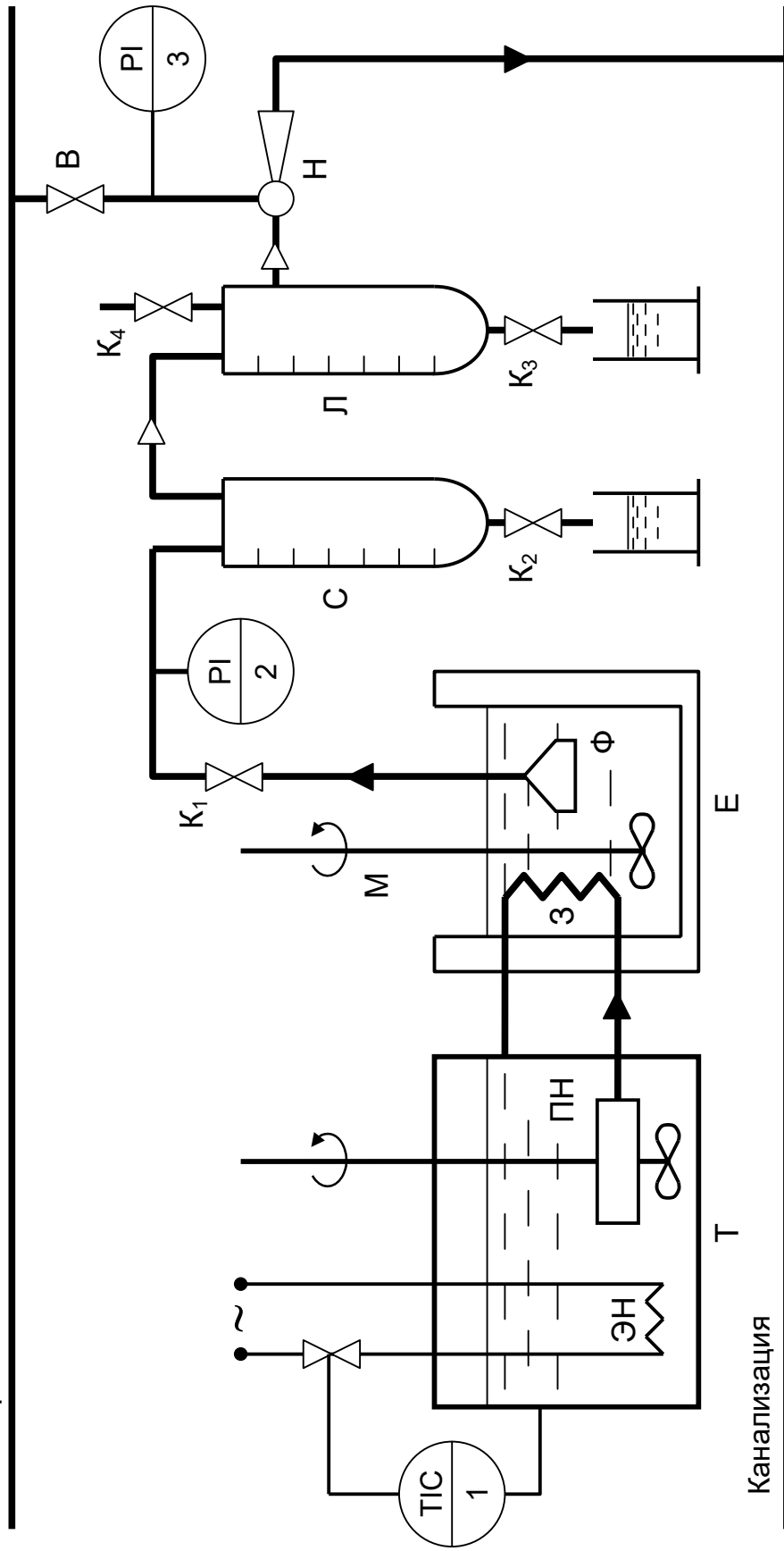


Рис. 9.2. Схема лабораторной установки фильтрации [3]:

Ф – погружная воронка; Е – термостабилируемая ёмкость с суспензией; Т – термостат; ПН – погружной насос термостата; ЭН – электроннагреватель термостата; М – мешалка; Н – насос водоструйный; В – вентиль регулирующий; С – сборник фильтрата; З – змеевика; Л – ловушка; К<sub>1</sub>–К<sub>4</sub> – краны



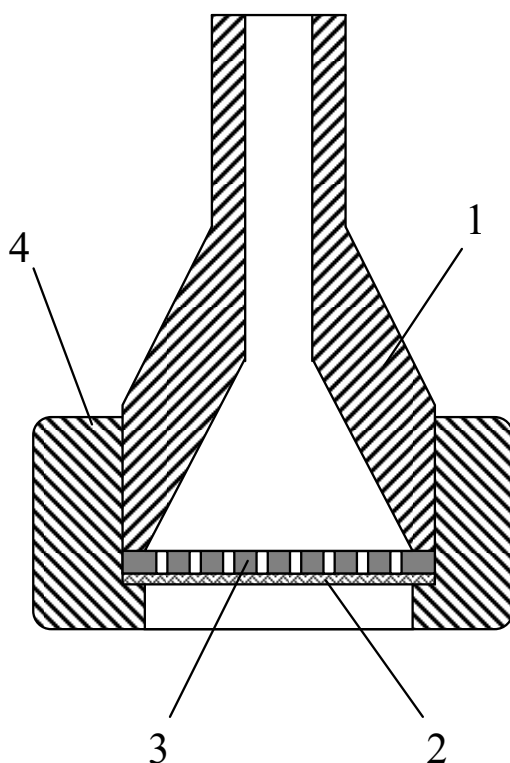


Рис. 9.3. Погружная фильтровальная воронка:  
1 – корпус воронки; 2 – фильтровальная ткань; 3 – опорная решётка; 4 – гайка

Погружная воронка  $\Phi$  соединена толстостенным шлангом из химической резины со сборником фильтрата С. Под действием перепада давления фильтрат проникает через фильтровальную перегородку 2, проходит по шлангу и попадает в сборник С, объём которого отградуирован в миллилитрах для удобства определения количества фильтрата С.

Между сборником фильтрата С и водоструйным насосом Н установлена ловушка Л, предотвращающая попадание воды из водоструйного насоса в сборник фильтрата.

### Методика выполнения работы

Перед началом фильтрования убедитесь, что сборник С свободен от фильтрата, в погружной воронке  $\Phi$  на поверхности фильтровальной ткани нет осадка, а в ловушке Л нет воды.

1. Измерьте диаметр фильтра в погружной воронке (в той его части, что не закрыта гайкой 4).

2. Включите привод мешалки М. При необходимости отрегулируйте число оборотов мешалки ручкой реостата, находящейся снизу электродвигателя мешалки (вращение мешалки должно быть достаточно интенсив-

ным, но при этом не создавать глубокой воронки).

3. Закройте краны  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$ , оставив открытым кран  $K_4$  (соединяющий систему с атмосферой).

4. Открыв вентиль В, подайте воду в водоструйный насос, установив давление воды по манометру (поз. 3) не более  $2 \text{ кгс/см}^2$ .

5. Закройте кран  $K_4$  и установите заданное разрежение по вакуумметру (поз. 2). Разрежение можно регулировать подачей воды в водоструйный насос Н, открывая или закрывая вентиль В. Не рекомендуется резко снижать подачу воды, это может привести к попаданию водопроводной воды из водоструйного насоса в систему и переполнению ловушки Л. Разрежение можно также уменьшать, приоткрывая кран  $K_4$ .

6. Погрузите воронку Ф в суспензию фильтровальной перегородкой вниз так, чтобы вся воронка была скрыта суспензией. Следите, чтобы она в ходе опыта находилась строго в вертикальном положении.

7. Откройте кран  $K_1$  и одновременно начните отсчёт времени эксперимента.

8. Произведите первый замер времени, прошедшего от начала эксперимента, при появлении первых капель фильтрата в сборнике С.

9. Следующий замер времени произведите при достижении объёмом фильтрата отметки 25 мл. В дальнейшем производите замеры времени через каждые 25 мл вплоть до отметки 150 мл.

10. По достижении объёма фильтрата 150 мл произведите последний замер времени и немедленно извлеките воронку из суспензии, развернув её фильтром вверх (не сбрасывая при этом разрежения в системе).

11. Воспользовавшись металлической линейкой или штангенциркулем, измерьте толщину осадка на фильтре (не менее чем в трёх точках).

12. Шпателем снимите осадок с фильтра, стараясь не повредить фильтровальную ткань, и верните осадок в ёмкость Е.

13. Дождитесь полного стекания фильтрата из шланга, соединяющего погружную воронку Ф со сборником фильтрата С. Зафиксируйте дополнительный объём фильтрата в сборнике.

14. Сбросьте разрежение в системе, открыв кран  $K_4$ .

15. Слейте фильтрат из сборника С, открыв кран  $K_2$ , и верните

фильтрат в ёмкость Е.

16. При наличии водопроводной воды в ловушке Л откройте кран К<sub>3</sub> и слейте водопроводную воду отдельно от фильтрата, вылив её в канализацию.

17. Приведите установку в первоначальное состояние (краны К<sub>1</sub>, К<sub>2</sub>, К<sub>3</sub> закрыты, кран К<sub>4</sub> открыт), подготовив её ко второму эксперименту.

18. Занесите все экспериментальные данные в табл. 9.1.

Таблица 9.1

### Экспериментальные данные по фильтрованию суспензии

#### Опыт №1

Перепад давления $\Delta p =$ мм рт. ст. = Па				
Температура $T =$ °С и вязкость воды $\mu =$ мПа·с				
Диаметр фильтра $d_{\phi} =$ мм и площадь фильтра $A =$ $\cdot 10^{-3}$ м <sup>2</sup>				
Толщина осадка $h_{oc} =$ мм и его объём $V_{oc} =$ $\cdot 10^{-6}$ м <sup>3</sup>				
Дополнительный объём фильтрата $\Delta V =$ см <sup>3</sup>				
№ п/п	Объём жидкости в сборнике $V_C, \text{ см}^3$	Время фильтрования $t, \text{ с}$	Общий объём фильтрата $V_{\phi} \cdot 10^6, \text{ м}^3$	$\frac{t}{V_{\phi}} \cdot 10^{-6}, \text{ с/м}^3$
1	0			
2	25			
3	50			
4	75			
5	100			
6	125			
7	150			

19. Второй эксперимент проводится при другом разрежении и/или другой температуре суспензии. Для изменения температуры воспользуйтесь термостатом Т (включение и настройку термостата производит лаборант или преподаватель). Все экспериментальные данные занесите в таблицу, аналогичную табл. 9.1.

#### Обработка экспериментальных данных

1. Рассчитайте объёмы осадка, полученного в экспериментах:

$$V_{\text{ос}} = h_{\text{ос}} \cdot A, \quad (9.9)$$

где  $A = \pi \cdot \frac{d_{\text{ф}}^2}{4}$  – площадь фильтра, м<sup>2</sup>.

2. Определите соотношение объёмов осадка и фильтрата  $\kappa_{\text{ос}}$  для каждого эксперимента делением объёма осадка на объём фильтрата, полученного за весь опыт.

3. Для каждого замера скорректируйте объём фильтрата, прибавив к нему дополнительный объём, слитый из коммуникаций в конце опыта  $\Delta V$ :

$$V_{\text{ф},i} = V_{\text{с},i} + \Delta V. \quad (9.10)$$

4. Для каждого замера рассчитайте отношение времени фильтрования  $t_i$  к объёму фильтрата  $V_{\text{ф},i}$ .

5. Постройте график зависимости  $\frac{t}{V_{\text{ф}}} = f(V_{\text{ф}})$  как показано на рис. 9.1.

Аппроксимируйте экспериментальные точки на графике линейной зависимостью (желательно воспользоваться методом наименьших квадратов).

6. Определите константы фильтрования: константу  $M_{\text{ф}}$  как тангенс угла наклона прямой на графике и константу  $N_{\text{ф}}$  как отрезок, отсекаемый прямой на вертикальной оси графика (рис. 9.1).

7. На основе полученной константы  $M_{\text{ф}}$  определите удельное сопротивление осадка:

$$r_{\text{ос}} = \frac{2 A^2 \Delta p M_{\text{ф}}}{\mu \kappa_{\text{ос}}}. \quad (9.11)$$

8. На основе полученной константы  $N_{\text{ф}}$  определите сопротивление фильтровальной перегородки:

$$R_{\text{ф.п.}} = \frac{A \Delta p N_{\text{ф}}}{\mu}. \quad (9.12)$$

9. По уравнению (9.1) вычислите скорости процесса фильтрования в начале и в конце опыта.

Аналогично выполните расчёты для второго опыта. Сравните резуль-

таты опытов, сделайте вывод о влиянии давления (или температуры) на скорость процесса фильтрования, а также на удельное сопротивление осадка  $r_{oc}$  и сопротивление фильтровальной перегородки  $R_{ф.п.}$ .

### Контрольные вопросы

1. Что является движущей силой процесса фильтрования (в модели Дарси-Рутса)?
2. Что понимают под скоростью процесса фильтрования? Какие факторы и как влияют на скорость фильтрования?
3. Какие основные режимы фильтрования применяют в производственной практике? Как организуют процесс фильтрования в этих режимах?
4. Классификация осадков при фильтровании. Как влияет перепад давления на удельное сопротивление осадка? Влияние сжимаемости осадков на выбор рабочих давлений при фильтровании.
5. Назовите основные конструкции фильтров. Работа какого промышленного фильтра воспроизводится на лабораторной установке?
6. С какой целью проводят лабораторное моделирование работы промышленных фильтров?
7. Какие существуют методы теоретического расчёта величины сопротивления осадка? В каком режиме течения они применимы?
8. Каковы единицы измерения величин удельного сопротивления осадка, сопротивления фильтровальной перегородки и констант процесса фильтрования?
9. Для чего устанавливается мешалка в корыте барабанного вакуум-фильтра? Почему в барабанном вакуум-фильтре суспензию перемешивают, а в ленточном нет? Какая мешалка установлена в корыте барабанного фильтра?
10. В чём основные различия между барабанным и дисковым вакуум-фильтрами?

## Литература

1. Лабораторные работы по процессам и аппаратам химической технологии // под ред. проф. В. М. Лекае. – М.: МХТИ им. Д. И. Менделеева, 1980. – 47 с.
2. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. – М.: Химия, 1973. – 752 с.
3. Лабораторные работы по курсу «Основы процессы и аппараты химической технологии»: учеб. пособие // под ред. С. В. Миносьянца и В. А. Смирнова. – М.: МХТИ им. Д. И. Менделеева, 1988. – 60 с.
4. Павлов К.Ф., Романков П.Г., Носков А.А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. Учебное пособие для ВУЗов // под ред. чл. – корр. АН СССР П. Г. Романкова. 10 – е изд., перераб. и доп. – Л.: Химия, 1987. – 576 с.
5. Лабораторные работы по курсу процессов и аппаратов // под ред. И. А. Гильденבלата и С. В. Миносьянца – М.: МХТИ им. Д. И. Менделеева, 1985. – 48 с.
6. Лабораторный практикум по курсу процессов и аппаратов химической технологии // под ред. В. М. Лекае, В. Г. Труханова – М.: МХТИ им. Д. И. Менделеева, 1977. – 59 с.
7. Мулдер М. Введение в мембранную технологию: пер. с англ. – М.: Мир, 1999. – 513 с.
8. Дытнерский Ю. И. Баромембранные процессы. Теория и расчёт. – М.: Химия, 1986. – 272 с.
9. Бобылёв В. Н. Лабораторный практикум по массообмену: учеб. – методическое пособие. – М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2006. – 60 с.
10. Дополнение к лабораторному практикуму по курсу «Процессы и аппараты химической технологии»: учеб. пособие // под ред. В. М Лекае и В. П. Брыкова. – М.: МХТИ им. Д.И.Менделеева, 1982. – 74 с.

## СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	3
Работа 1. Изучение массоотдачи в жидкой фазе.....	4
Работа 2. Определение коэффициента массоотдачи в газовой фазе.....	13
Работа 3. Разделение простой перегонкой бинарной смеси изопропанол–вода.....	25
Работа 4. Простая перегонка бинарной смеси вода–этиленгликоль .....	37
Работа 5. Изучение процесса периодической ректификации бинарной смеси жидкостей .....	52
Работа 6. Разделение растворов низкомолекулярных веществ обратным осмосом.....	74
Работа 7. Определение скорости свободного осаждения твёрдых частиц и всплытия пузырей в жидкостях .....	87
Работа 8. Гидродинамика неподвижного и псевдооживленного зернистого слоя.....	98
Работа 9. Изучение процесса фильтрования суспензий.....	108
Литература .....	118

Учебное издание

МОРГУНОВА Елена Павловна  
ТРУБЕРГ Арсений Александрович  
КУЗНЕЦОВА Ирина Константиновна  
САЛЬНИКОВА Людмила Сергеевна  
КАБАНОВ Олег Викторович  
ХАБИБОВА Наталья Замиловна  
КОМЛЯШЕВ Роман Борисович  
ТРУШИН Александр Михайлович  
ДМИТРИЕВ Евгений Александрович  
НОСЫРЕВ Михаил Андреевич  
КАШИРИНА Ольга Владимировна

**ПРОЦЕССЫ И АППАРАТЫ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ.  
РАЗДЕЛЕНИЕ ГОМОГЕННЫХ И ГЕТЕРОГЕННЫХ СИСТЕМ.  
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

Редактор Н. А. Заходякина

Подписано в печать 30.12.2016 г. Формат 60x84 1/16.  
Усл. печ. л. 6,98. Уч.-изд. л. 5,95. Тираж 500 экз. Заказ

Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева

Издательский центр

Адрес университета и Издательского центра  
125047 г. Москва, Миусская пл., 9.