



Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο
Σχολή Χημικών Μηχανικών
Τομέας Ανάλυσης, Σχεδιασμού και Ανάπτυξης
Διεργασιών και Συστημάτων

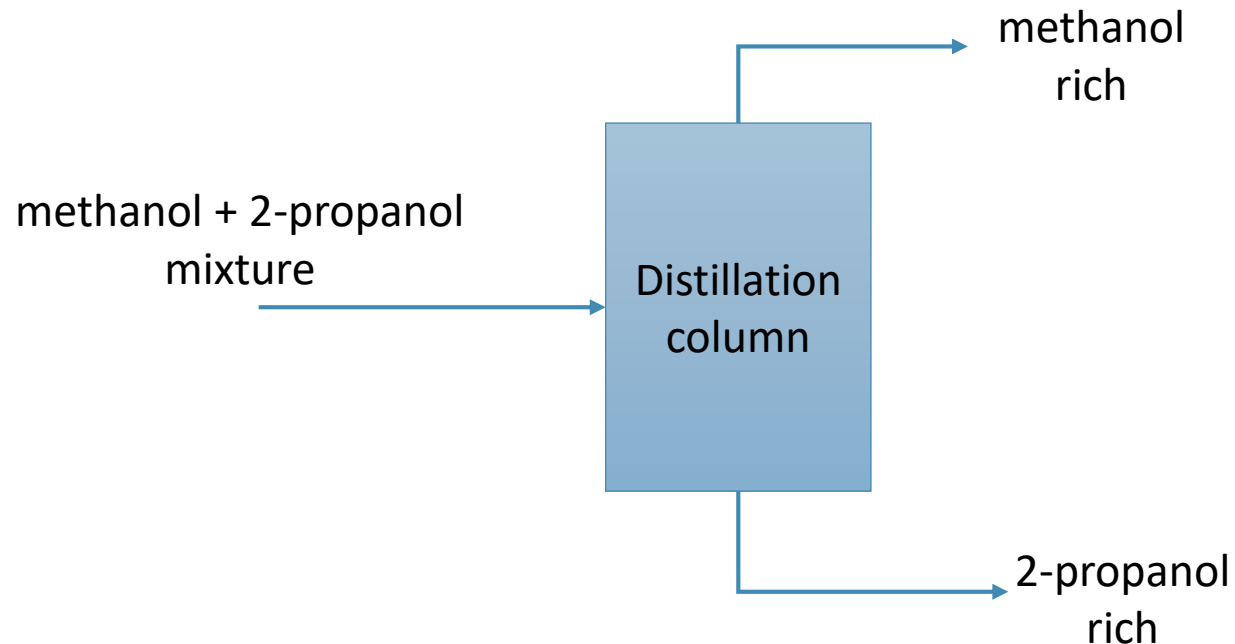
Μηχανική Φυσικών Διεργασιών

Εργαστηριακή άσκηση 3
Κλασματική απόσταξη



Στόχος

Σκοπός της εργαστηριακής άσκησης είναι η πειραματική μελέτη της κλασματικής απόσταξης συνεχούς λειτουργίας για το διαχωρισμό δυαδικού μίγματος μεθανόλης/ισοπροπανόλης.



Τι είναι απόσταξη

Γενικά, απόσταξη καλείται η διεργασία διαχωρισμού των συστατικών ομογενούς υγρού μίγματος με αξιοποίηση της διαφοράς των πτητικότητων (ή αλλιώς των συντελεστών κατανομής), $k_i = \frac{y_i}{x_i}$, των συστατικών του μίγματος.

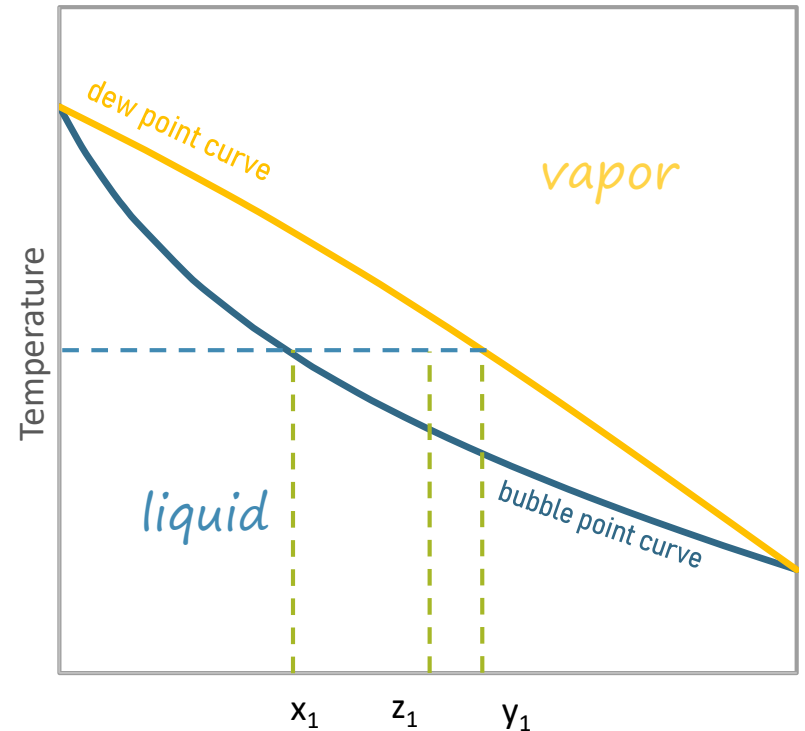
$$\text{Σχετική πτητικότητα } \alpha_{ij} = \frac{k_i}{k_j} = \frac{y_i/x_i}{y_j/x_j}$$

- ➔ Υψηλές πιέσεις: $x_i \hat{\phi}_i^l = y_i \hat{\phi}_i^v \rightarrow k_i = \frac{\hat{\phi}_i^l}{\hat{\phi}_i^v}$
- ➔ Χαμηλές πιέσεις: $y_i \hat{\phi}_i^v P = x_i \gamma_i \phi_i^s P_i^s (Pe)_i \rightarrow k_i = \frac{\gamma_i \phi_i^s P_i^s (Pe)_i}{\hat{\phi}_i^v P}$
- ➔ Ιδανικά διαλύματα (Νόμος Raoult): $y_i P = x_i P_i^s \rightarrow k_i = \frac{P_i^s}{P}$

Ιδανικά διαλύματα - Σχετική πτητικότητα

$$\alpha_{ij} = \frac{P_i^s}{P_j^s}$$

Ισορροπία Υγρού-Ατμού δυαδικού μίγματος υπό σταθερή πίεση

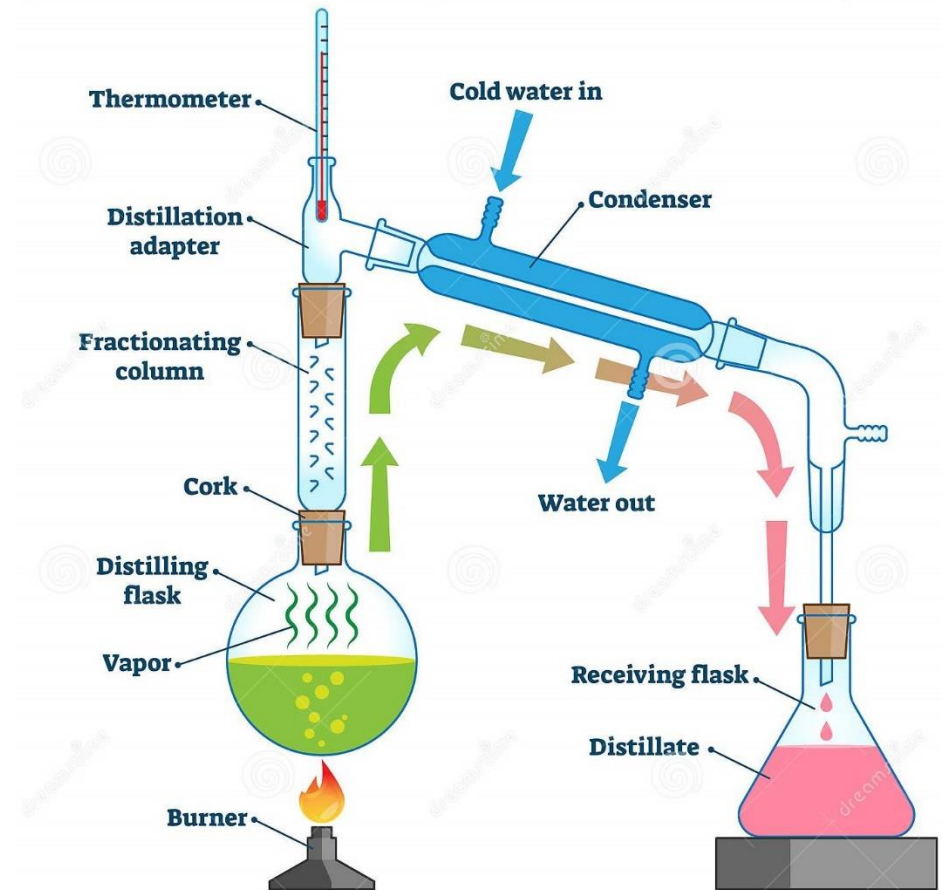


- Πιο πτητικό συστατικό το 1 (χαμηλότερο σημείο βρασμού)

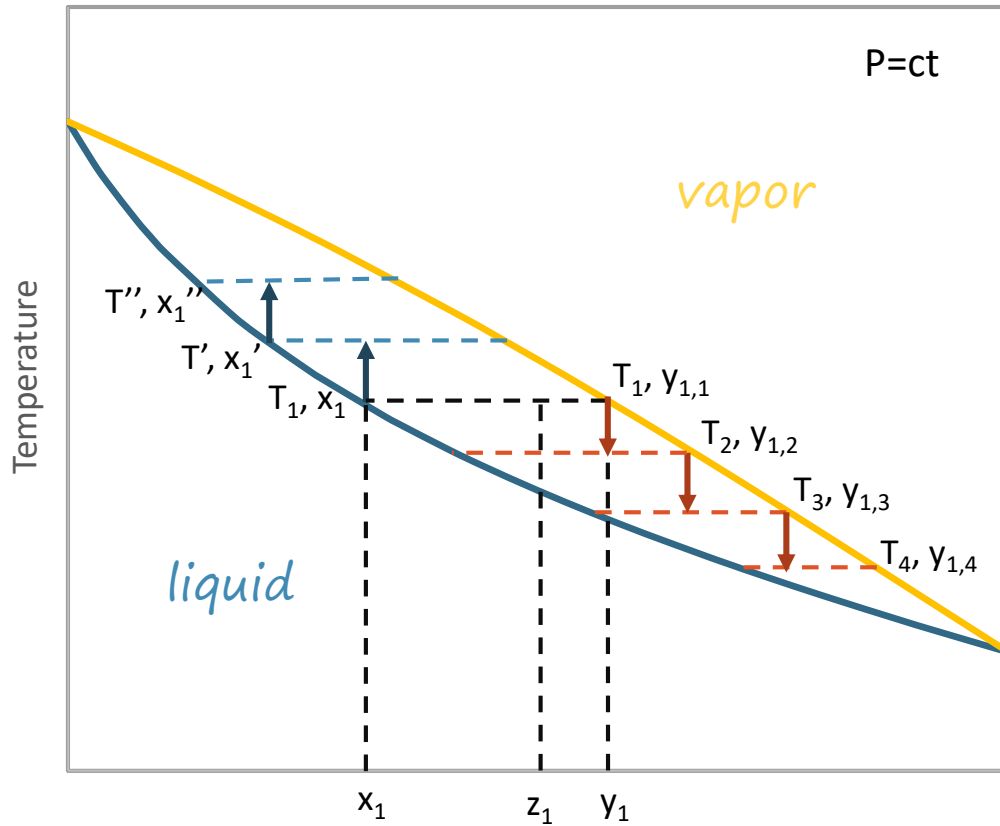
Έχετε ήδη μελετήσει πειραματικά...

Διαφορική απόσταξη (Ασυνεχούς λειτουργίας)

- Η σύσταση του αποστάγματος (και του υπολείμματος) μεταβάλλεται με το χρόνο.
- Λόγω της μεταβολής της σύστασης του υπολείμματος η θερμοκρασία του συστήματος αυξάνεται σταδιακά με το χρόνο

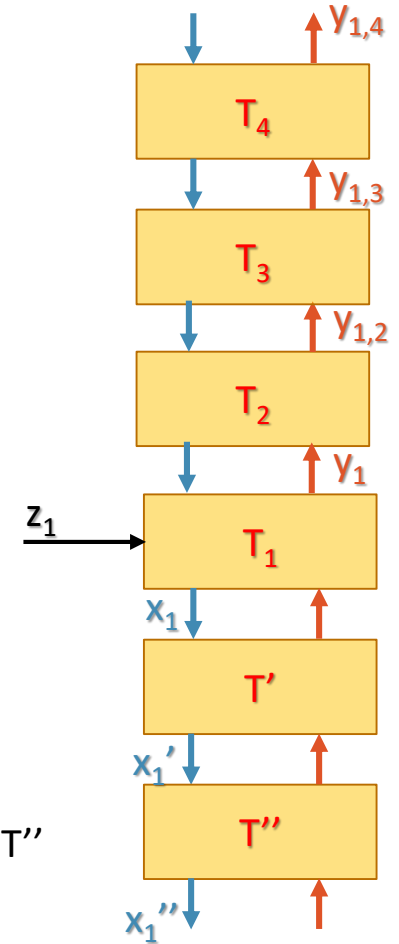


Αρχή λειτουργίας κλασματικής απόσταξης συνεχούς λειτουργίας



Σε αυτό το πείραμα μελετάμε την απόσταξη συνεχούς λειτουργίας.

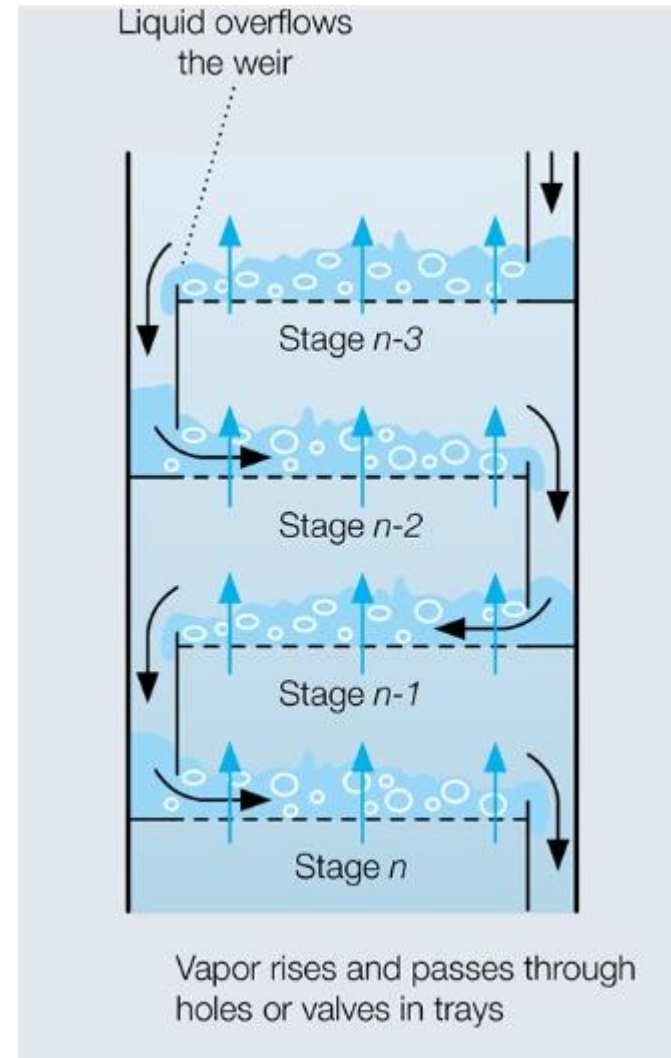
Η απόσταξη είναι συνδυασμός πολλών δοχείων ισορροπίας όπου η έξοδος κάθε βαθμίδας αποτελεί την είσοδο της επόμενης.



$$T_4 < T_3 < T_2 < T_1 < T' < T''$$

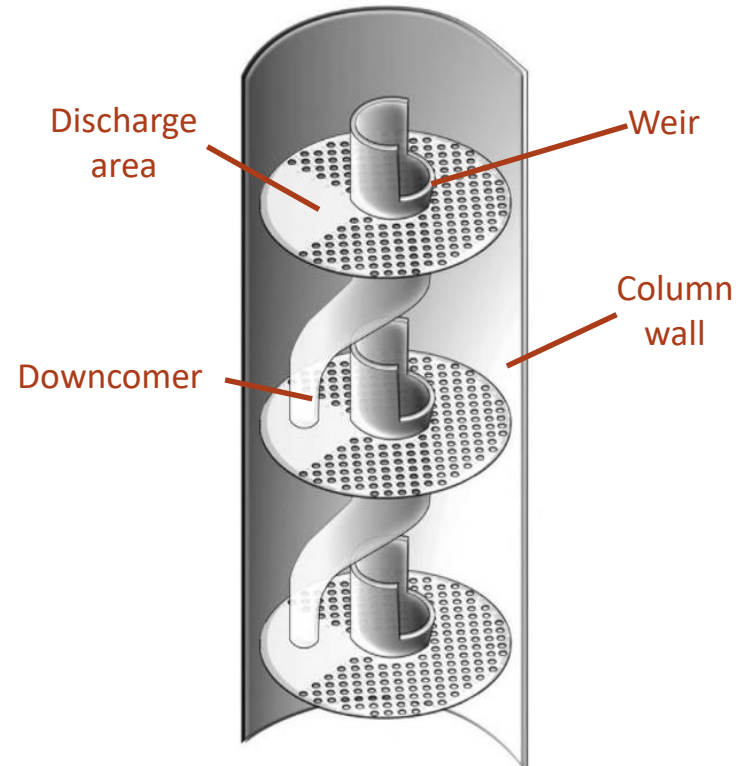
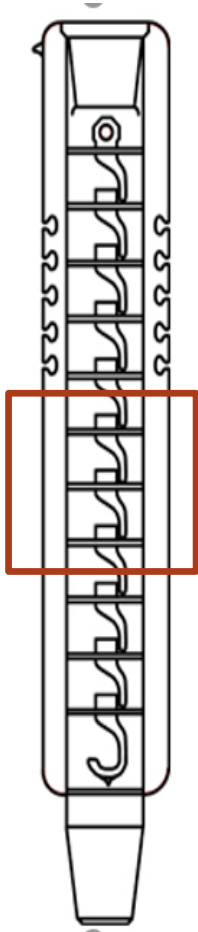
Στήλη απόσταξης

- Κατακόρυφο κυλινδρικό κέλυφος, στο εσωτερικό του οποίου είναι προσαρτημένοι οριζόντιοι διάτρητοι δίσκοι.
- Οι δίσκοι αποσκοπούν στην καλύτερη επαφή μεταξύ της υγρής και της ατμώδους φάσης.
- Ιδανικά, το υγρό και ο ατμός που έρχονται σε επαφή σε κάθε δίσκο βρίσκονται σε ισορροπία οπότε ο δίσκος χαρακτηρίζεται ως θεωρητική βαθμίδα.
- Στην πραγματικότητα, ο χρόνος επαφής σε κάθε δίσκο δεν είναι επαρκής για την επίτευξη της ισορροπίας.

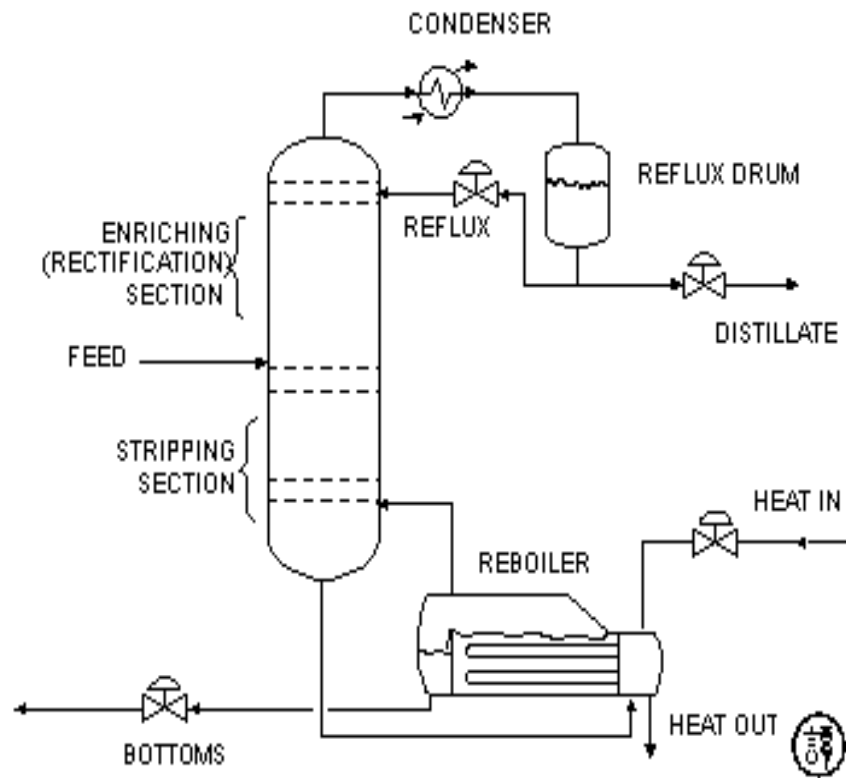


Στήλη Oldershaw

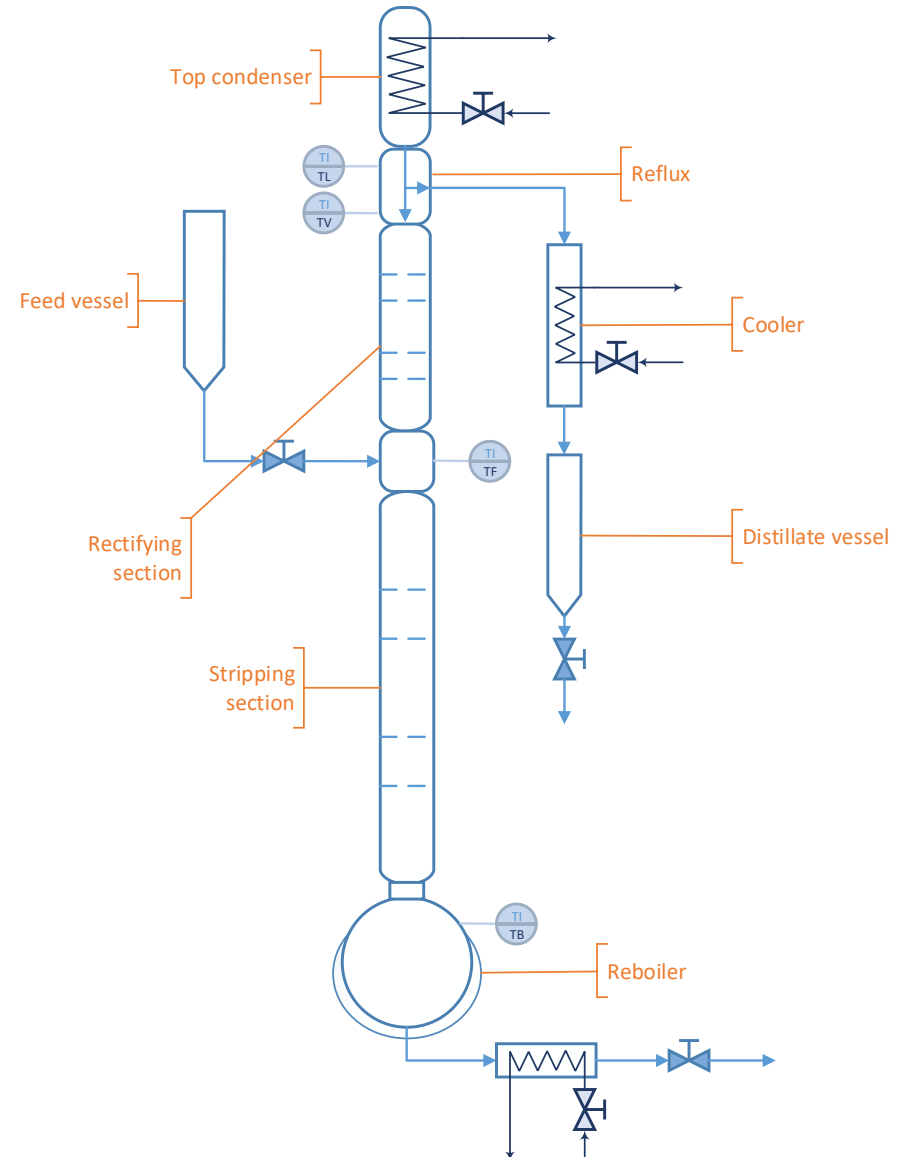
- Οι εργαστηριακές στήλες τύπου Oldershaw αντιπροσωπεύουν αποτελεσματικά την αποδοτικότητα των βιομηχανικών στηλών.
- Δίνουν διαχωρισμούς αντίστοιχους με αυτούς που επιτυγχάνονται σε μεγαλύτερες στήλες



Τυπική διαμόρφωση στήλης κλασματικής απόσταξης



Εργαστηριακή συσκευή κλασματικής απόσταξης

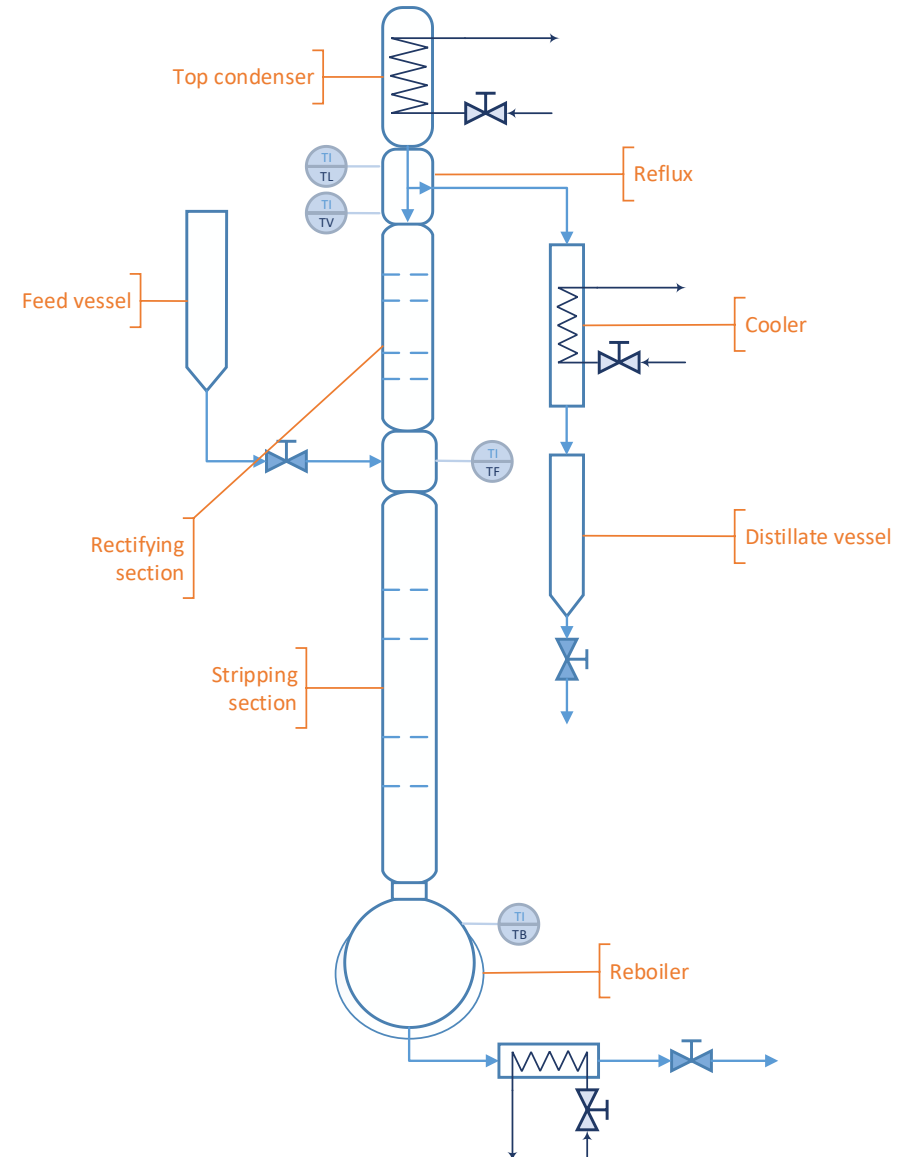


Περιγραφή απόσταξης συνεχούς λειτουργίας

- Η τροφοδοσία εισάγεται σε καθορισμένο ύψος της στήλης
- Υγρό ρέει κατ' αντροπή με τους ατμούς κατά μήκος της στήλης και έρχονται σε επαφή μεταξύ τους
- Στον αναβραστήρα παρέχεται θερμότητα που εξατμίζει μέρος του υπολείμματος (προϊόν πυθμένα)
- Η θερμοκρασία μειώνεται από τον πυθμένα προς την κορυφή της στήλης
- Η σύσταση σε πτητικότερο συστατικό αυξάνεται από τον πυθμένα προς την κορυφή της στήλης
- Για τη διατήρηση της ροής υγρού, μέρος του αποστάγματος επανεισέρχεται στη στήλη ως αναρροή (reflux)

Σε μόνιμες συνθήκες:

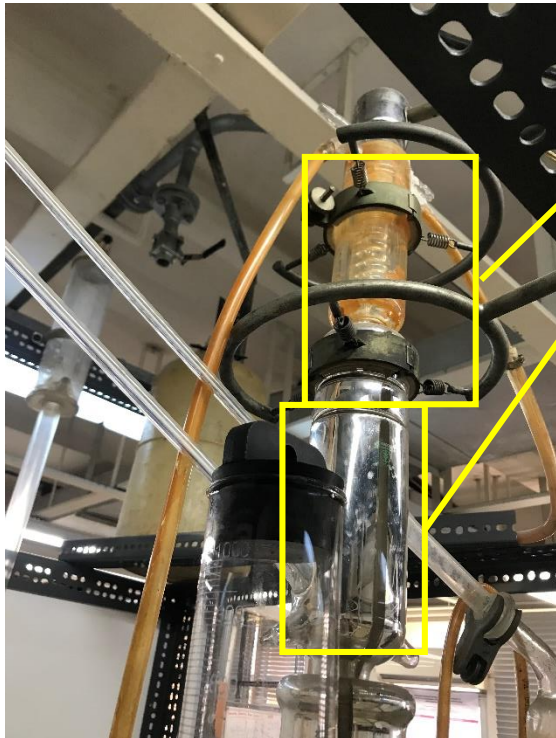
- Σταθερή παροχή τροφοδοσίας και προϊόντων (ροή, σύσταση)
- Συνεχής και σταθερή παροχή θερμότητας στον αναβραστήρα
- Συνεχής και σταθερή απαγωγή θερμότητας στον συμπυκνωτήρα
- Σταθερές συνθήκες (θερμοκρασία, πίεση) και σύστασεις κατά μήκος της στήλης



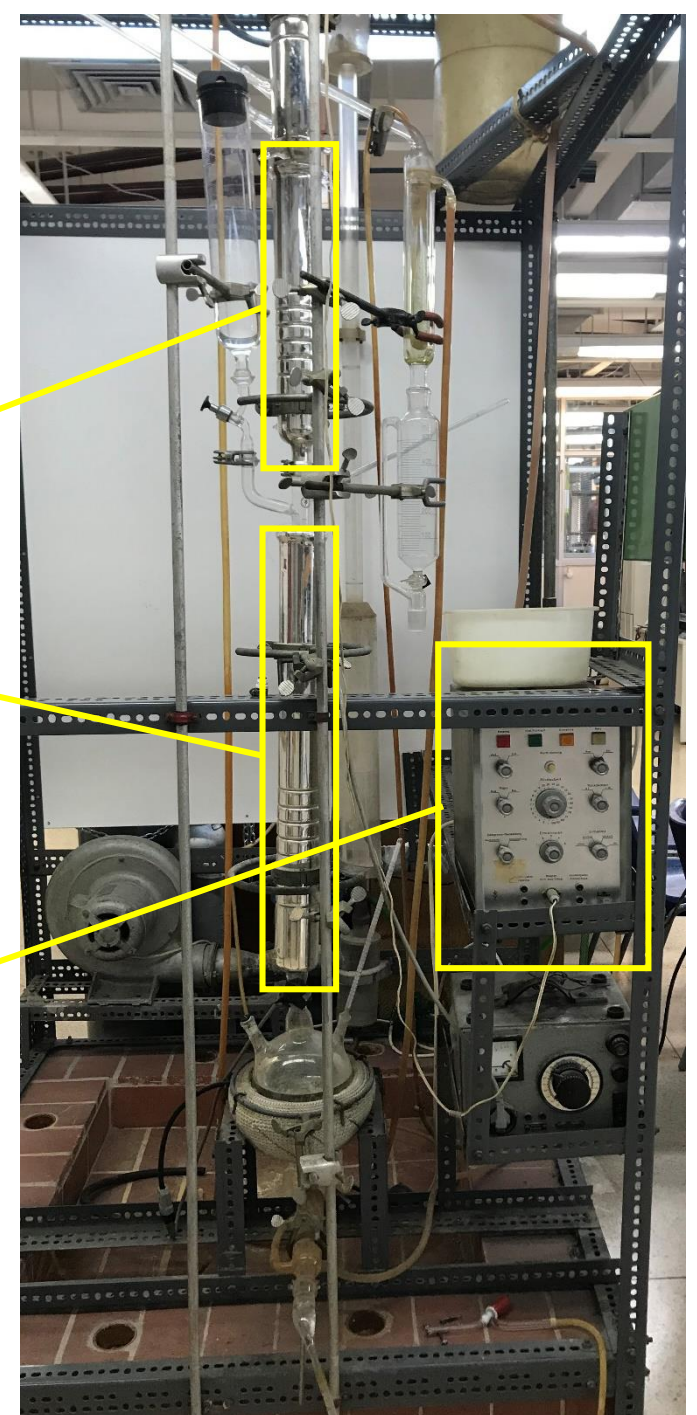
Περιγραφή πειραματικής διάταξης

Η πειραματική διάταξη αποτελείται από:

- Γυάλινη στήλη τύπου Oldershaw διαμέτρου 30 mm
 - Τμήμα εμπλουτισμού: 10 δίσκοι
 - Τμήμα εξάντλησης: 20 δίσκοι
- Συμπυκνωτήρα που ψύχεται με νερό
- Ηλεκτρομαγνητική βαλβίδα και ηλεκτρικό χρονοδιακόπτη για ρύθμιση του λόγου αναρροής



Πίνακας ελέγχου

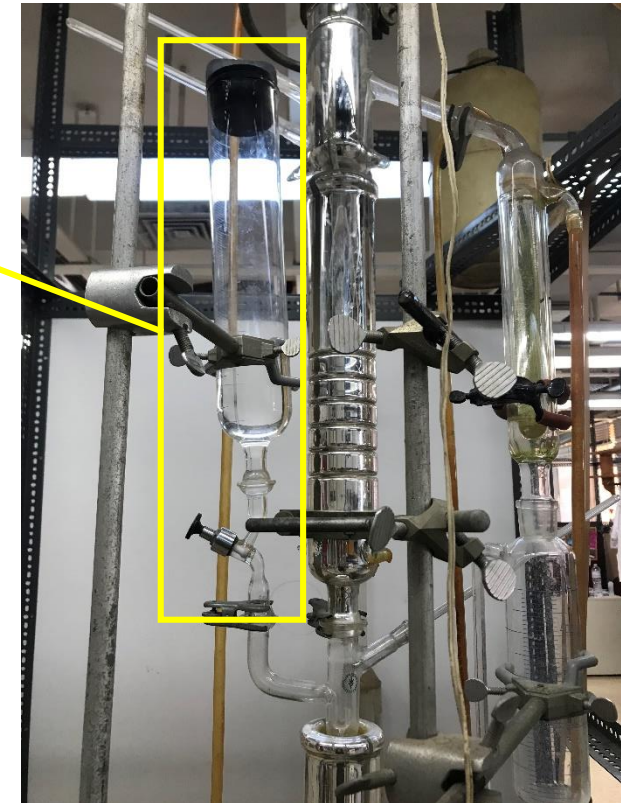
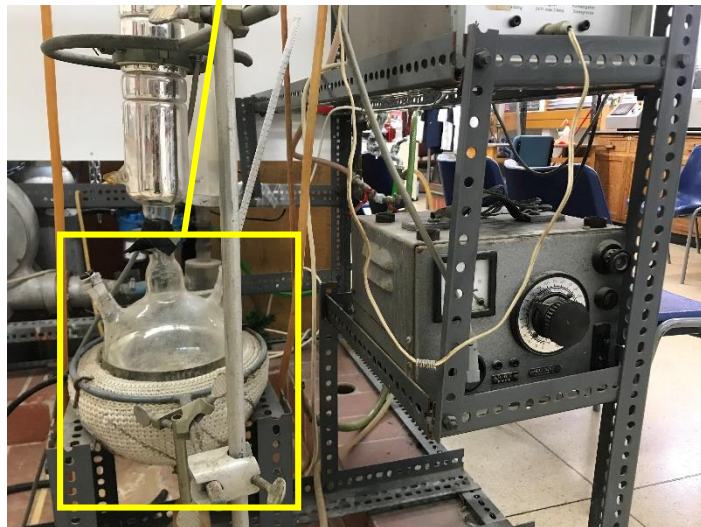


Περιγραφή πειραματικής διάταξης

(συνέχεια)

Η πειραματική διάταξη αποτελείται από:

- Βαθμονομημένο δοχείο τροφοδοσίας και βελονοειδή βάνα για ρύθμιση της παροχής της
- Τμήμα εισαγωγής τροφοδοσίας
- Αναβραστήρα (σφαιρική φιάλη με ειδική διάταξη εξαγωγής του υπολείμματος).
- Θερμομανδύα με ρυθμιζόμενες ηλεκτρικές αντιστάσεις στον αναβραστήρα

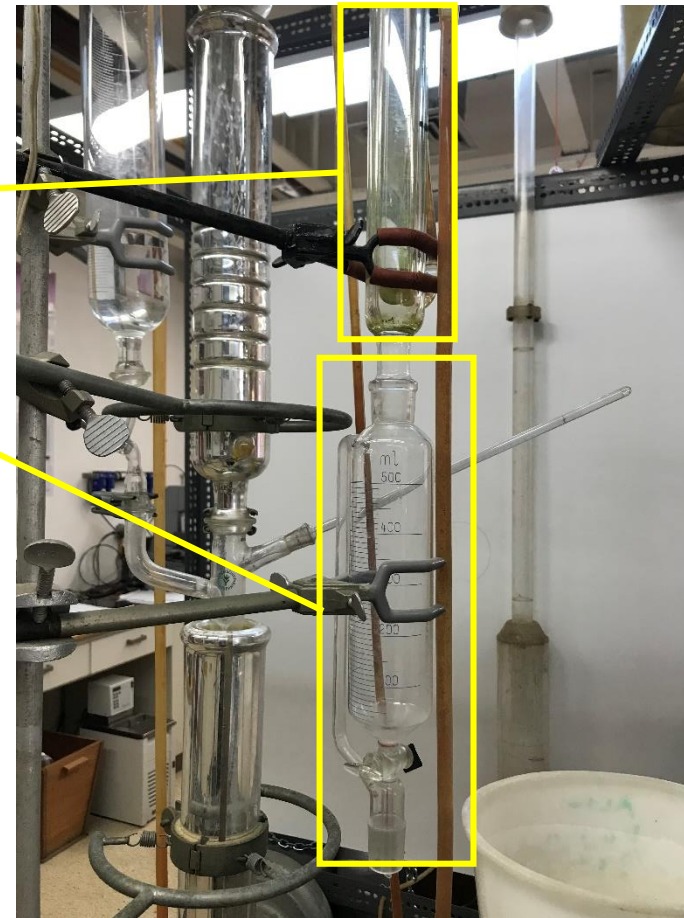


Περιγραφή πειραματικής διάταξης

(συνέχεια)

Η πειραματική διάταξη αποτελείται από:

- Ψυκτήρα προϊόντος κορυφής
- Βαθμονομημένο δοχείο συλλογής αποστάγματος
- Θερμόμετρα σε διάφορα σημεία της στήλης: στον πυθμένα, στον δίσκο τροφοδοσίας και στην κορυφή της στήλης.



Εκτέλεση πειράματος

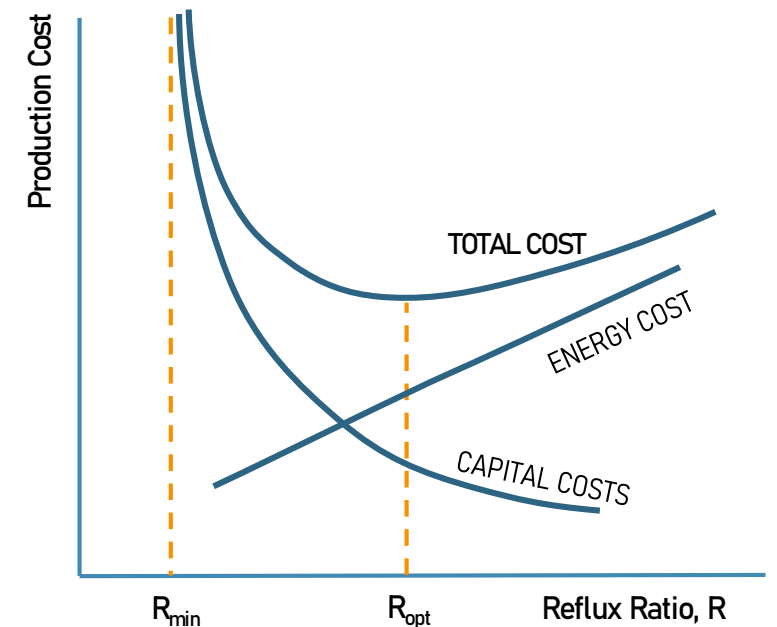
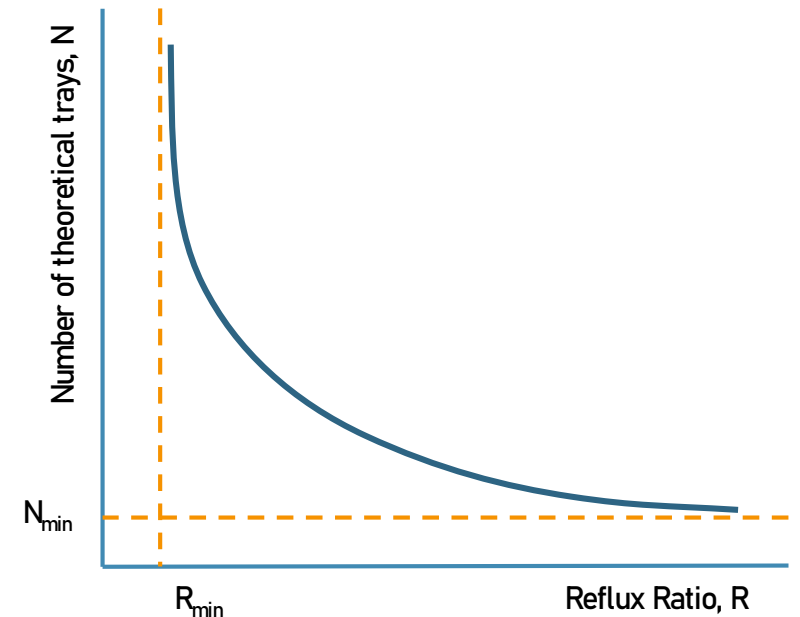
- Ανοίγεται το νερό ψύξης του συμπυκνωτήρα κορυφής και των ψυκτών.
- Ρυθμίζεται η παροχή τροφοδοσίας.
- Ρυθμίζεται η θέρμανση του αναβραστήρα
- Ρυθμίζεται ο λόγος αναρροής.
- Περιμένουμε να σταθεροποιηθούν οι θερμοκρασίες (οι οποίες αποτελούν ένδειξη της σύστασης κατά μήκος της στήλης) ώστε η στήλη να λειτουργεί σε μόνιμες συνθήκες.
- Αδειάζεται το δοχείο συλλογής αποστάγματος και η στήλη λειτουργεί σε μόνιμες συνθήκες για ορισμένο χρονικό διάστημα. Καταγράφονται:
 - **Ποσότητα τροφοδοσίας και προϊόντος κορυφής** (αποστάγματος).
 - **Θερμοκρασίες τροφοδοσίας, δίσκου τροφοδοσίας, κορυφής και πυθμένα.**
 - **Ενδείξεις του πίνακα ελέγχου του θερμομανδύα του αναβραστήρα**
 - **Δείκτες διάθλασης δειγμάτων τροφοδοσίας και αποστάγματος.**
- Κατά τη λειτουργία της στήλης οι θερμοκρασίες καταγράφονται ανά 5 λεπτά και λαμβάνονται οι μέσοι όροι.
- Αφού ολοκληρωθεί το πρώτο πείραμα μεταβάλλεται ο λόγος αναρροής και μετά την επίτευξη των νέων μόνιμων συνθηκών καταγράφονται η θερμοκρασία κορυφής και μετράται ο δείκτης διάθλασης του νέου αποστάγματος.
- **Σημείωση**
- Οι συστάσεις της τροφοδοσίας και του αποστάγματος προσδιορίζονται με μέτρηση του δείκτη διάθλασης στους 25°C, με την βοήθεια διαγράμματος σύστασης-δείκτη διάθλασης.

Ποιοι παράγοντες επηρεάζουν το διαχωρισμό

Καλύτερος διαχωρισμός επιτυγχάνεται με:

- Αύξηση του αριθμού δίσκων (N)
- Αύξηση του λόγου αναρροής (R)

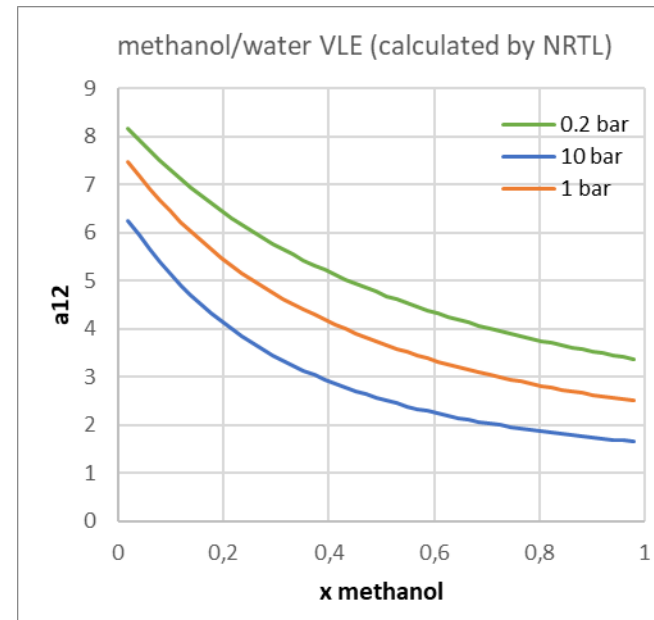
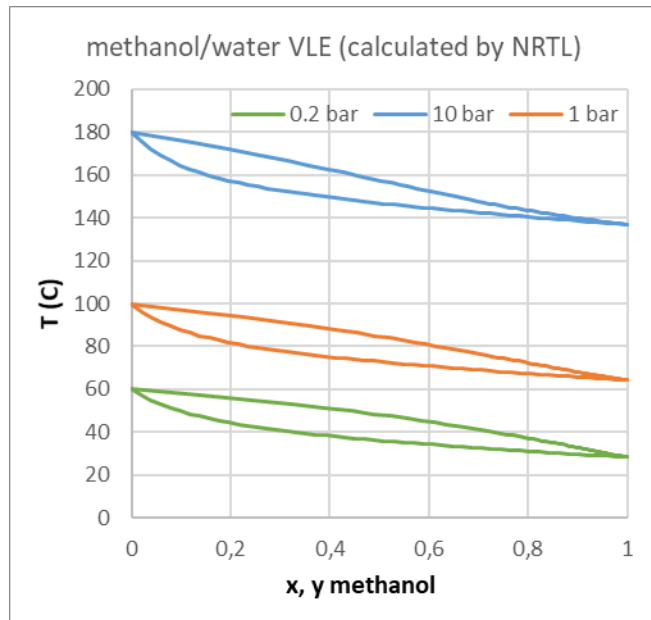
- ✓ Υπάρχει μια αντιστροφή σχέση μεταξύ του λόγου αναρροής και του αριθμού θεωρητικών δίσκων: Για δεδομένο διαχωρισμό (δηλαδή δεδομένα x_D and x_B) από δεδομένη τροφοδοσία (x_F , κατάσταση), χρήση μεγαλύτερου R οδηγεί σε μικρότερο N και το αντίστροφο.
- ✓ Υπάρχουν πολλοί δυνατοί συνδυασμοί R και N που δίνουν τον ίδιο διαχωρισμό.
- ✓ Κατά το σχεδιασμό μιας νέας στήλης το βέλτιστο ζεύγος N και R καθορίζεται με βάση το τελικό κόστος.
- ✓ Για μια υπάρχουσα στήλη όπου το N είναι δεδομένο, μεγαλύτερη καθαρότητα στο προϊόν κορυφής μπορεί να επιτευχθεί με αύξηση του R



Ποιοι παράγοντες επηρεάζουν το διαχωρισμό

Καλύτερος διαχωρισμός επιτυγχάνεται με:

- Μείωση της πίεσης λειτουργίας ($P \downarrow \Rightarrow$ σχετική πτητικότητα \uparrow)



Ισοζύγια μάζας και ενέργειας στη στήλη

$$F = D + B \quad R = \frac{L}{D}$$

$$x_F F = x_D D + x_B B$$

Ισοζύγια ενέργειας για ανοιχτό σύστημα

$$\Delta \dot{H} + \Delta \dot{E}_k + \Delta \dot{E}_p = \dot{Q} - \dot{W}_s$$

1st Law of Thermodynamics for an Open System at Steady-State

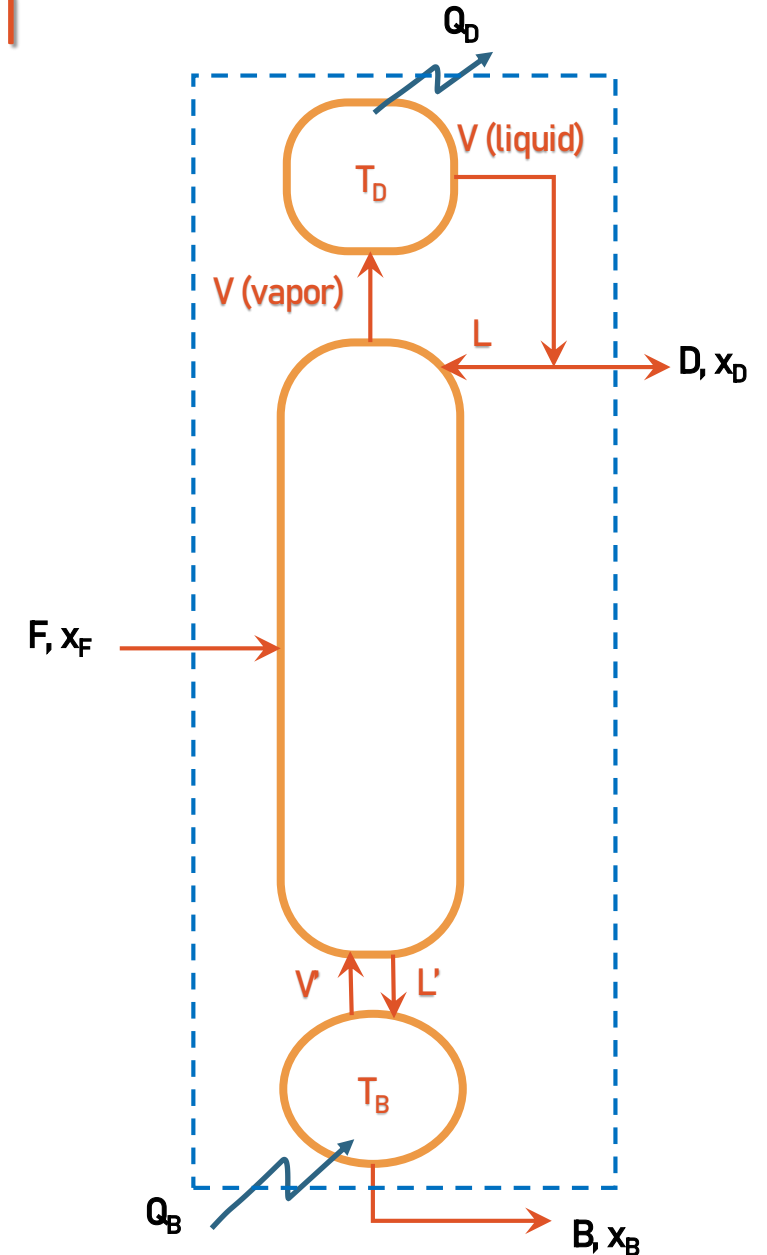
(Δ = output – input)

$$\Delta \dot{H} = \sum_{\text{output streams}} \dot{m}_j \hat{H}_j - \sum_{\text{input streams}} \dot{m}_j \hat{H}_j$$

$$\Delta \dot{E}_k = \sum_{\text{output streams}} \dot{m}_j u_j^2 / 2 - \sum_{\text{input streams}} \dot{m}_j u_j^2 / 2$$

$$\Delta \dot{E}_p = \sum_{\text{output streams}} \dot{m}_j g z_j - \sum_{\text{input streams}} \dot{m}_j g z_j$$

$$Q_B + Fh_F = Dh_D + Bh_B + Q_D$$



Ισοζύγια μάζας και ενέργειας στη στήλη

$$Q_B = V' \Delta h_B^{vap} + L' c_{p,L'} (T_B - T_N) \approx V' \Delta h_B^{vap}$$

$$Q_D = V \Delta h_D^{vap} + V c_{p,V} (T_D - T_1) \approx V \Delta h_D^{vap}$$

Γενικά:

$$h = c_p (T - T_o)$$

$$\Delta h_T^{vap} = \Delta h_{T_o}^{vap} + (c_p^v - c_p^l) (T - T_o)$$

$$c_{p,mix} = \sum x_i c_{pi}$$

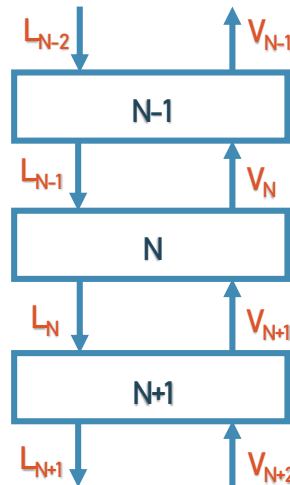
$$\Delta h_{T,mix}^{vap} = \sum x_i \Delta h_{T,i}^{vap}$$

Έστω $\Delta h_1^{vap} = \Delta h_2^{vap}$

Τότε για κάθε 1 mol ατμού που συμπυκνώνεται, 1 mol υγρού εξατμίζεται

Αρα $L_{N-1} = L_N = L_{N+1} = \dots = L$

και $V_{N-1} = V_N = V_{N+1} = \dots = V$

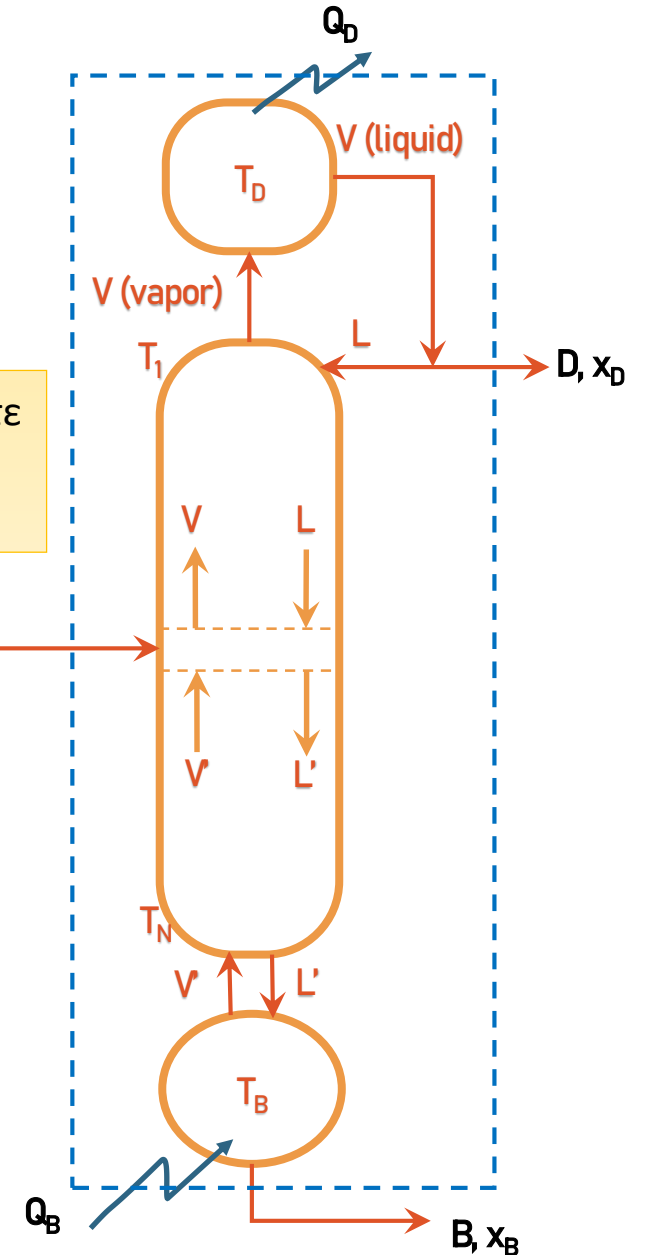


Αν F: liquid τότε

$$L' = L + F$$

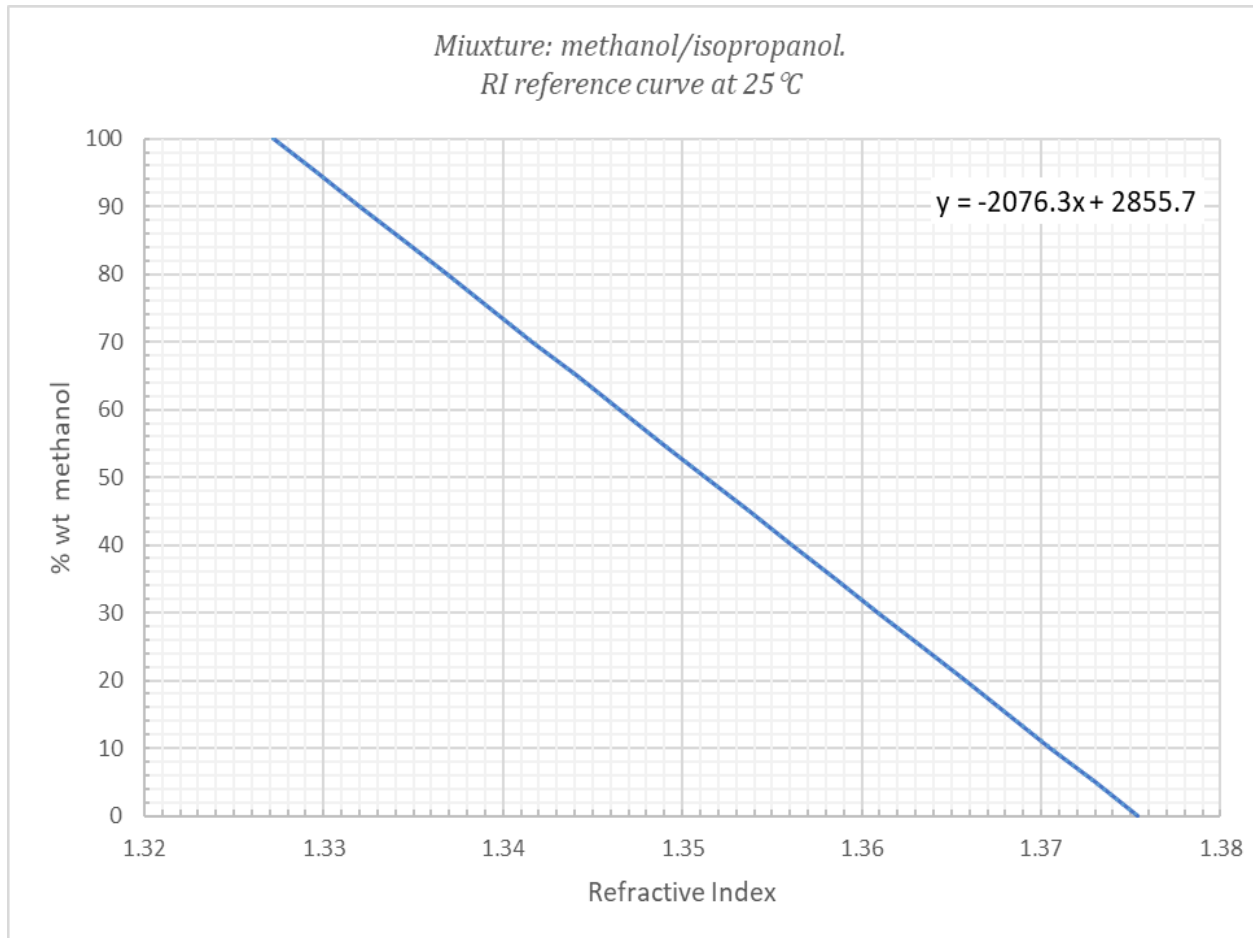
$$V' = V$$

F, x_F



Προσδιορισμός συστάσεων των ρευμάτων εισόδου και εξόδου της στήλης

Καμπύλη αναφοράς δείκτη διάθλασης στους 25°C για μίγμα μεθανόλης / 2-προπανόλης



Συνοπτικά, στο πείραμα...

Θέτουμε

- τον λόγο αναρροής (R)
- την ισχύ στον αναβραστήρα

Ρυθμίζουμε

- την παροχή τροφοδοσίας (F)

Μετράμε

- Σύσταση τροφοδοσίας (μετρώντας τον δείκτη διάθλασης και χρησιμοποιώντας καμπύλη αναφοράς) (x_F)
- Παροχή αποστάγματος (D)
- Σύσταση αποστάγματος (x_D)

Υπολογίζουμε

- Παροχή και σύσταση υπολείμματος (B, x_B)
- Θερμότητα που απάγεται στον συμπυκνωτήρα
- Ελέγχουμε την επίδραση του λόγου αναρροής στην καθαρότητα του αποστάγματος

Καταστρώνουμε

- Ολικό και μερικό ισοζύγιο μάζας
- Ισοζύγιο ενέργειας

Ερωτήματα

1. Να γίνει το μεθοδολογικό διάγραμμα ροής και οργάνων.
2. Να καταστρωθούν το ολικό ισοζύγιο μάζας, τα ισοζύγια μάζας των επιμέρους συστατικών του μίγματος και το ισοζύγιο ενέργειας στις μόνιμες συνθήκες λειτουργίας:
 - a. για την κανονική λειτουργία, και
 - b. για την ακραία περίπτωση χωρίς τροφοδοσία και προϊόντα.
3. Με βάση τις πειραματικές μετρήσεις να προσδιοριστεί η ποσότητα (ή η παροχή) και η σύσταση του υπολείμματος και το ποσό της θερμότητας που απάγεται στον συμπυκνωτήρα.
4. Να προσδιοριστεί η % ανάκτηση της μεθανόλης.
5. Να συζητηθεί η επίδραση του λόγου αναρροής στην καθαρότητα του προϊόντος κορυφής με βάση και τις πειραματικές μετρήσεις