



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

# Μηχανική Φυσικών Διεργασιών

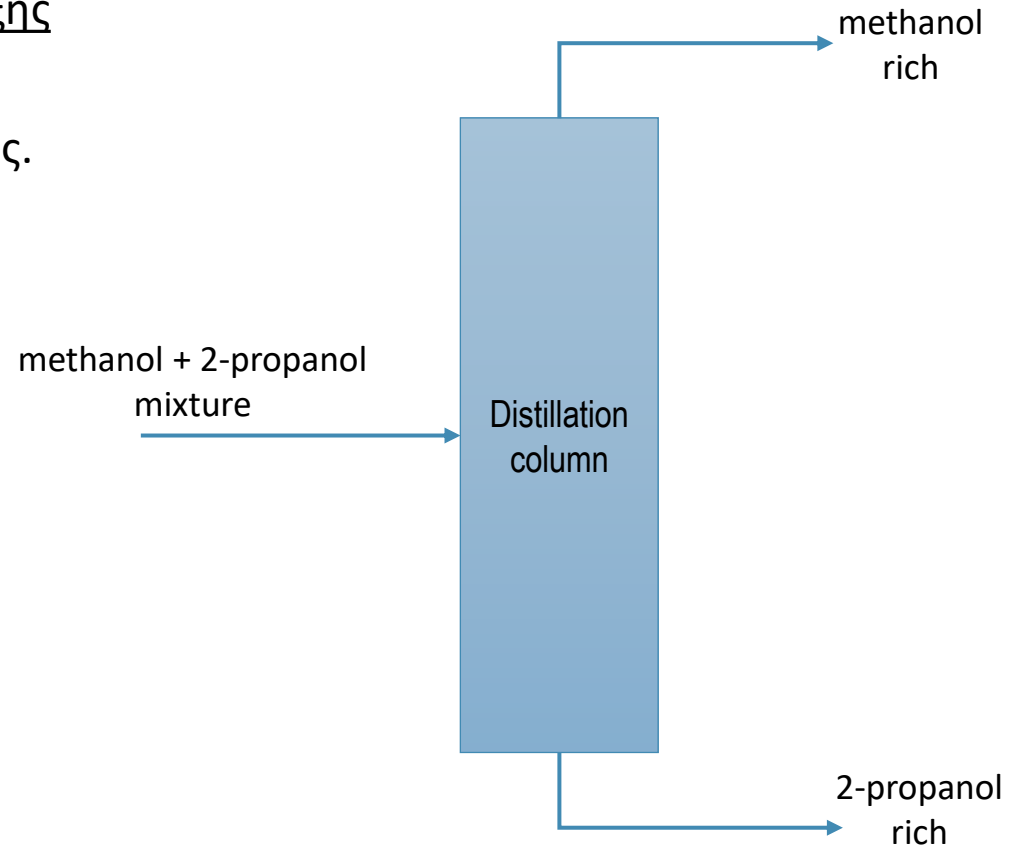
Εργαστηριακή άσκηση 3  
Κλασματική απόσταξη



# Σκοπός

---

- Πειραματική μελέτη της κλασματικής απόσταξης συνεχούς λειτουργίας για το διαχωρισμό δυαδικού μίγματος μεθανόλης/ισοπροπανόλης.
- Διερεύνηση της επίδρασης βασικών παραμέτρων λειτουργίας στον διαχωρισμό



# Τι είναι απόσταση

Γενικά, απόσταση 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.

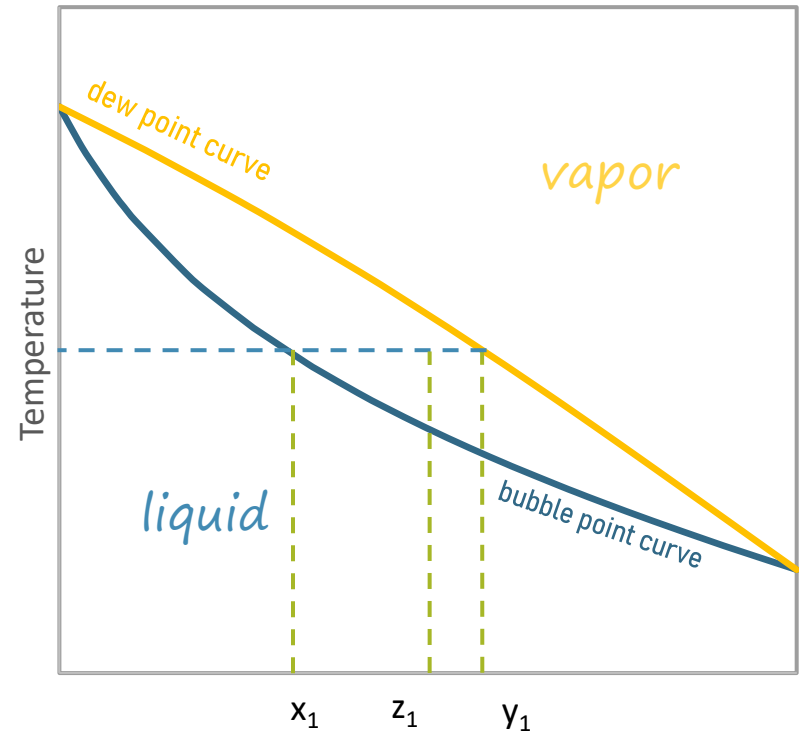
$$\text{Σχετική πτητικότητα } \alpha_{ij} = \frac{k_i}{k_j} = \frac{y_i/x_i}{y_j/x_j}$$

- 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

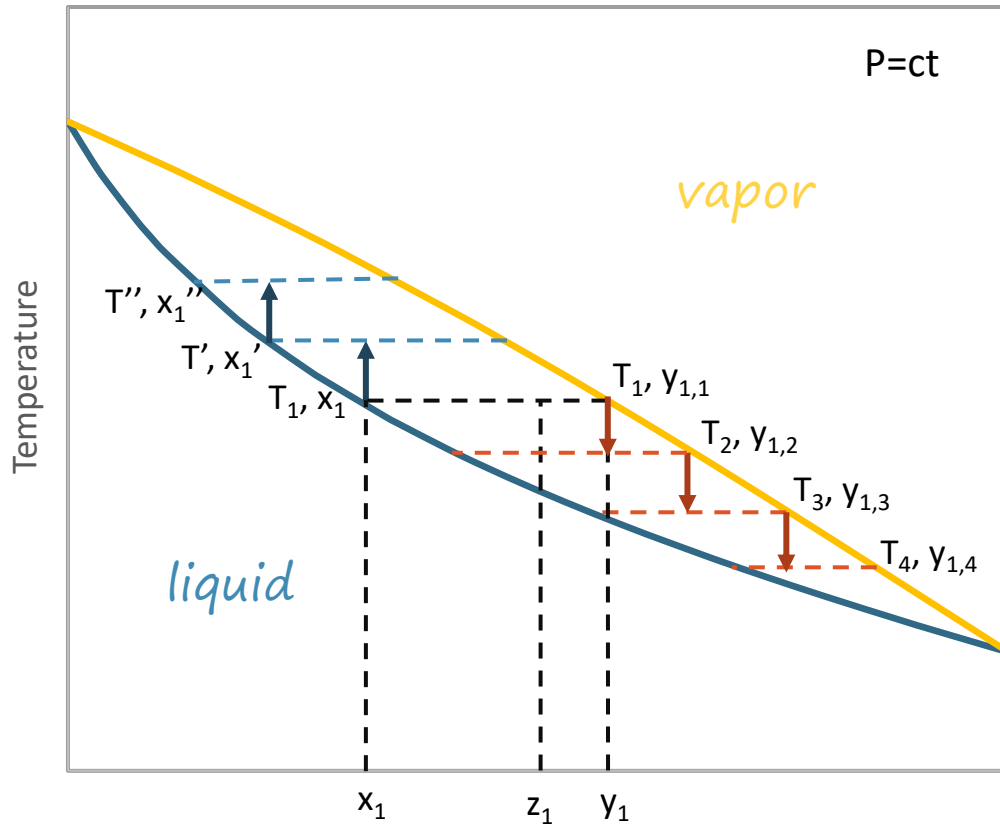
$$\alpha_{ij} = \frac{P_i^s}{P_j^s}$$

Ισορροπία Υγρού-Ατμού δυαδικού μίγματος υπό σταθερή πίεση

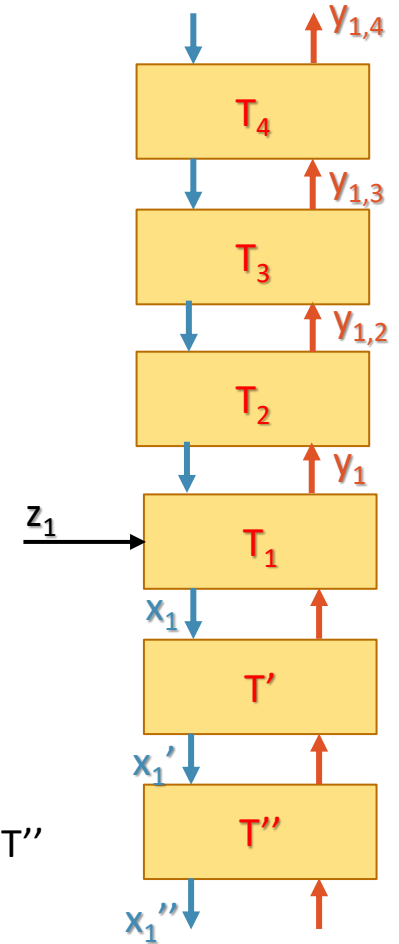


- Πιο πτητικό συστατικό το 1 (χαμηλότερο σημείο βρασμού)

# Αρχή λειτουργίας κλασματικής απόσταξης συνεχούς λειτουργίας



Η απόσταξη συνεχούς λειτουργίας είναι συνδυασμός πολλών δοχείων (βαθμίδων) ισορροπίας όπου η έξοδος κάθε βαθμίδας αποτελεί την είσοδο της επόμενης.

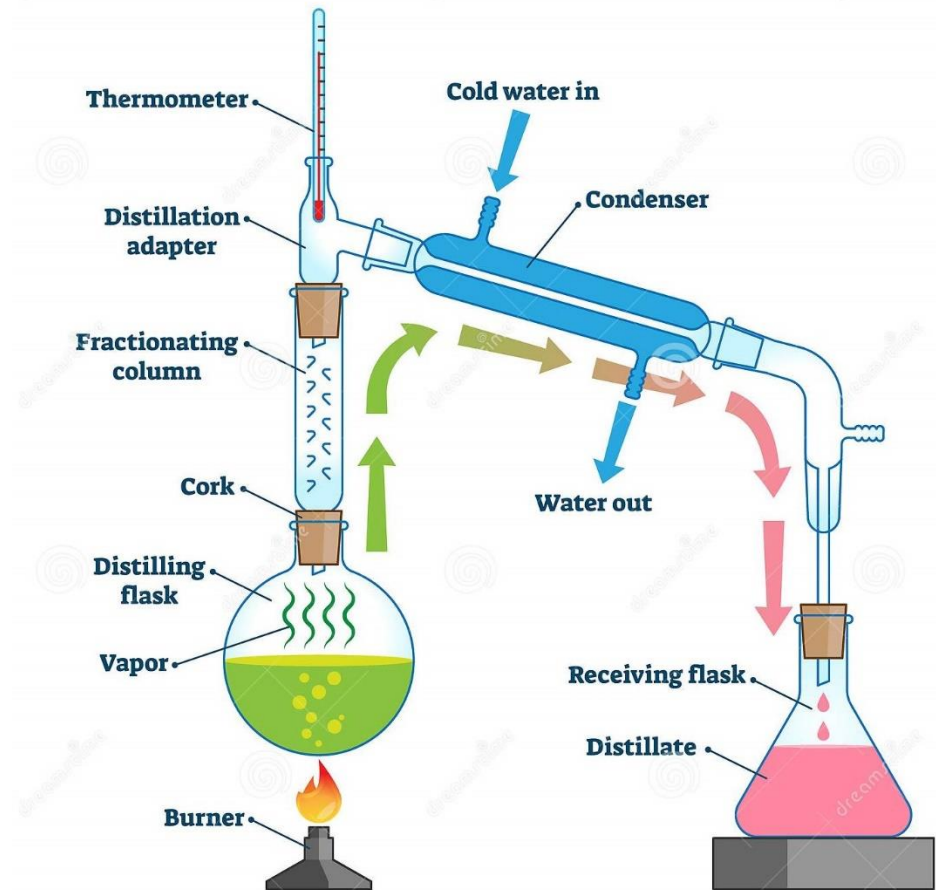


$$T_4 < T_3 < T_2 < T_1 < T' < T''$$

# Έχετε ήδη μελετήσει πειραματικά...

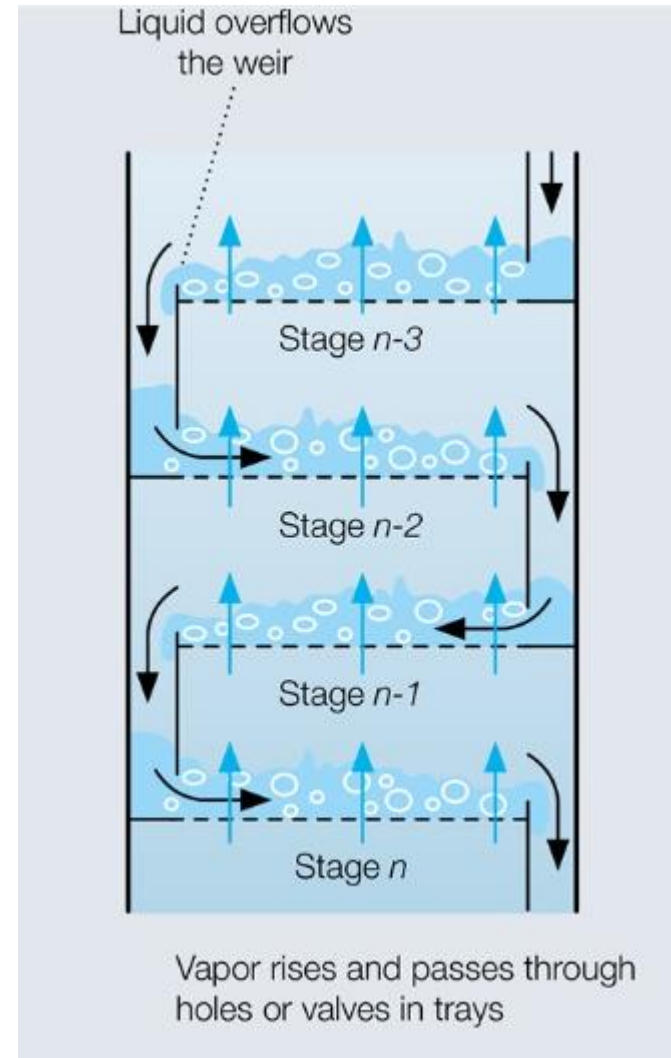
## Διαφορική απόσταξη (Ασυνεχούς λειτουργίας)

- 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



# Στήλη απόσταξης

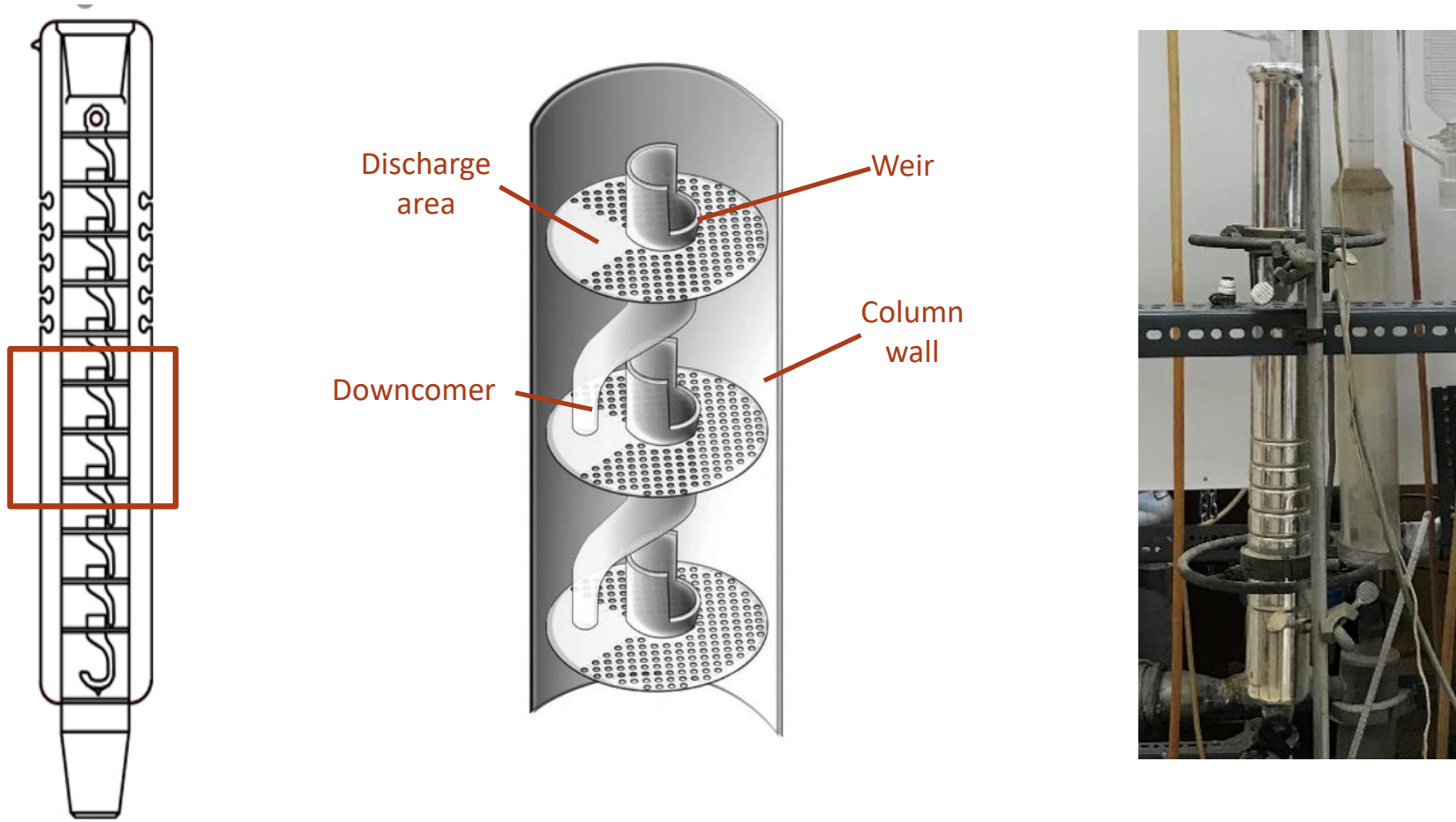
- Κατακόρυφο κυλινδρικό κέλυφος, στο εσωτερικό του οποίου είναι προσαρτημένοι οριζόντιοι διάτρητοι δίσκοι.
- Οι δίσκοι αποσκοπούν στην καλύτερη επαφή μεταξύ της υγρής και της ατμώδους φάσης.
- Ιδανικά, το υγρό και ο ατμός που έρχονται σε επαφή σε κάθε δίσκο βρίσκονται σε ισορροπία οπότε ο δίσκος χαρακτηρίζεται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



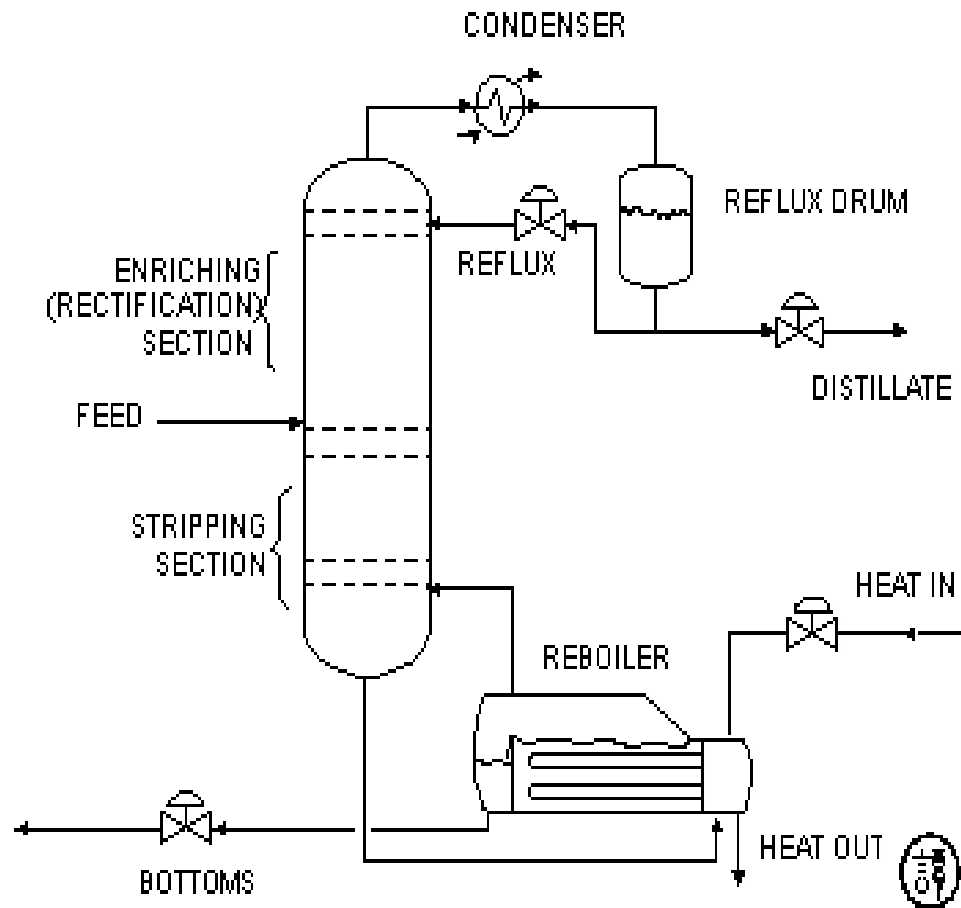


# Στήλη Oldershaw

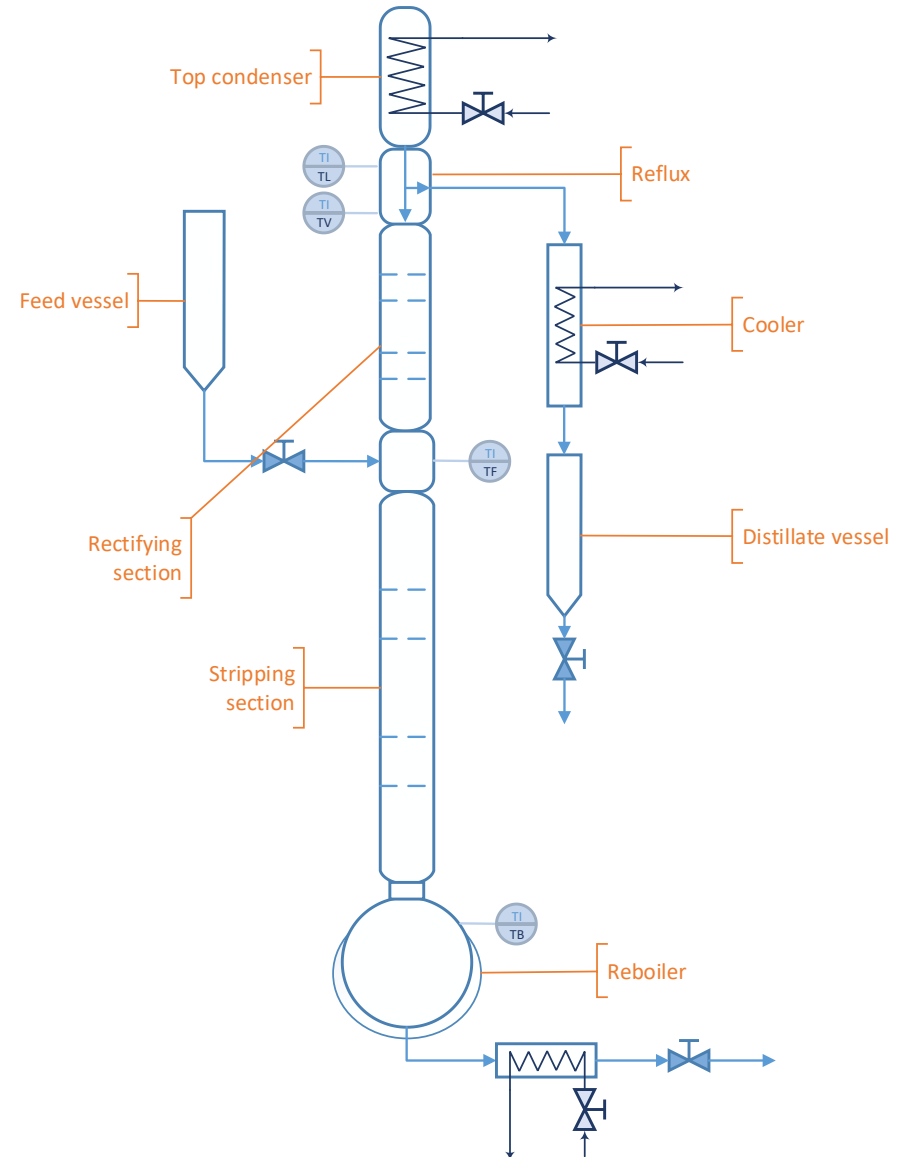
- Οι εργαστηριακές στήλες τύπου Oldershaw αντιπροσωπεύουν αποτελεσματικά την αποδοτικότητα των βιομηχανικών στηλών.
- Δίνουν διαχωρισμούς αντίστοιχους με αυτούς που επιτυγχάνονται σε μεγαλύτερες στήλες



## Τυπική διαμόρφωση στήλης κλασματικής απόσταξης



## Εργαστηριακή συσκευή κλασματικής απόσταξης



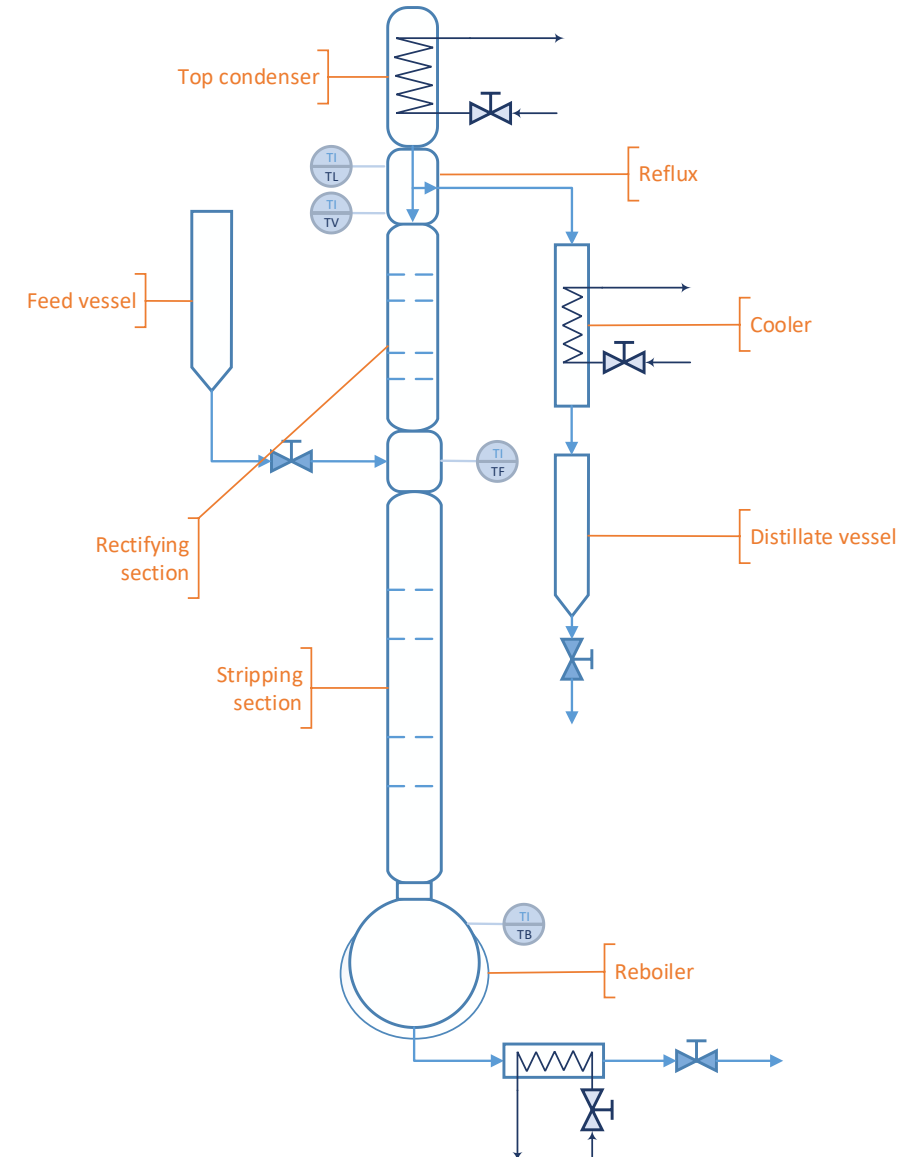


# Περιγραφή απόσταξης συνεχούς λειτουργίας

- 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:

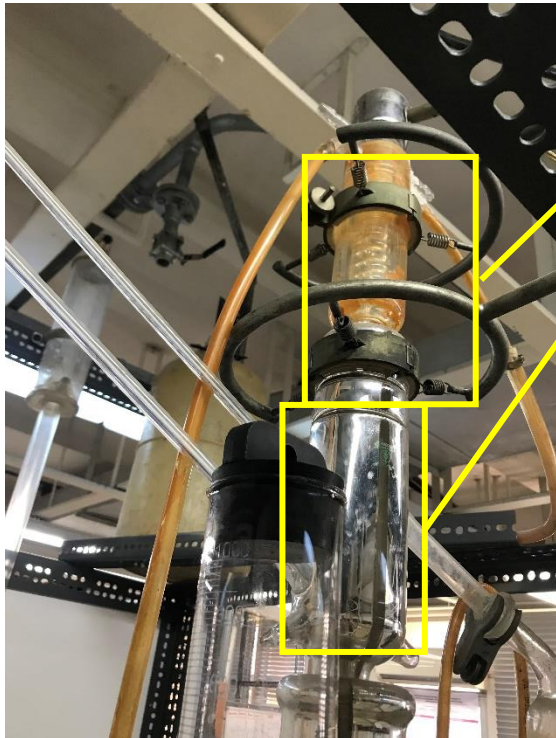
- Σταθερή παροχή τροφοδοσίας και προϊόντων (ροή, σύσταση)
- Συνεχής και σταθερή παροχή θερμότητας στον αναβραστήρα
- Συνεχής και σταθερή απαγωγή θερμότητας στον συμπυκνωτήρα
- Σταθερές συνθήκες (θερμοκρασία, πίεση) και σύστασεις κατά μήκος της στήλης



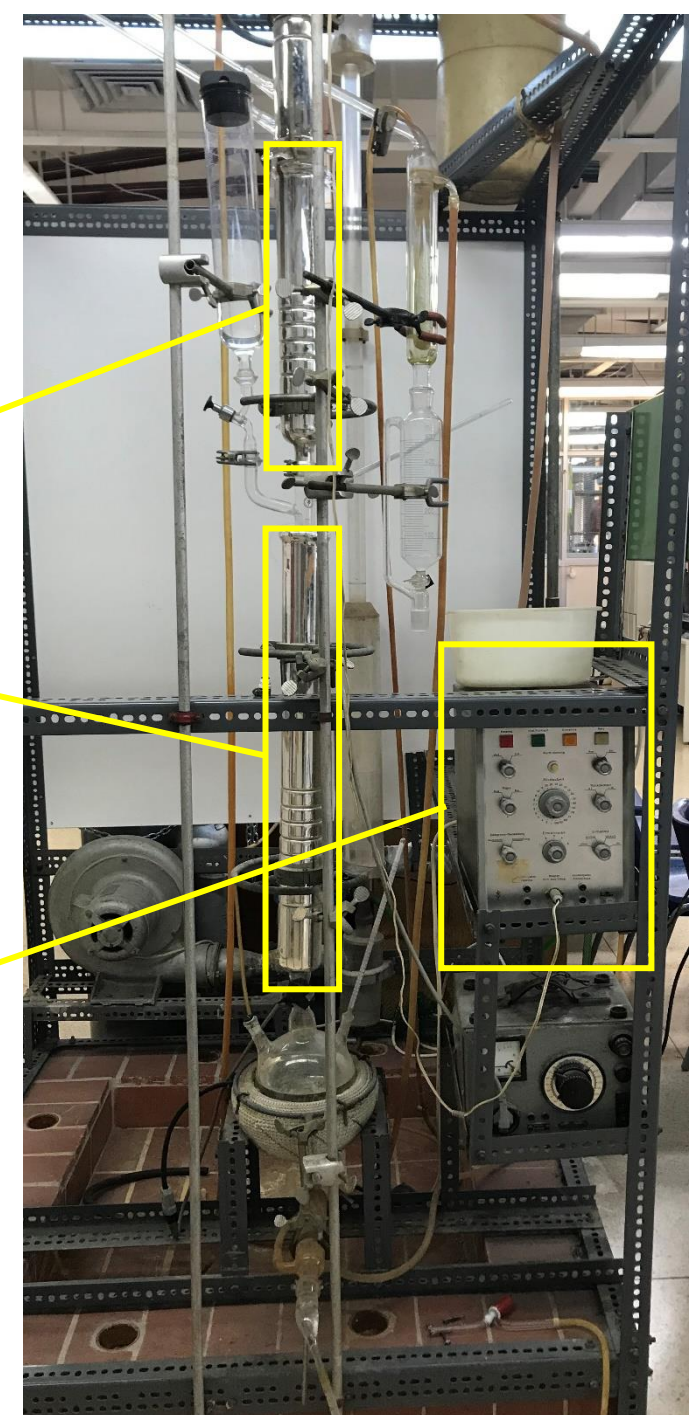
# Περιγραφή πειραματικής διάταξης

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



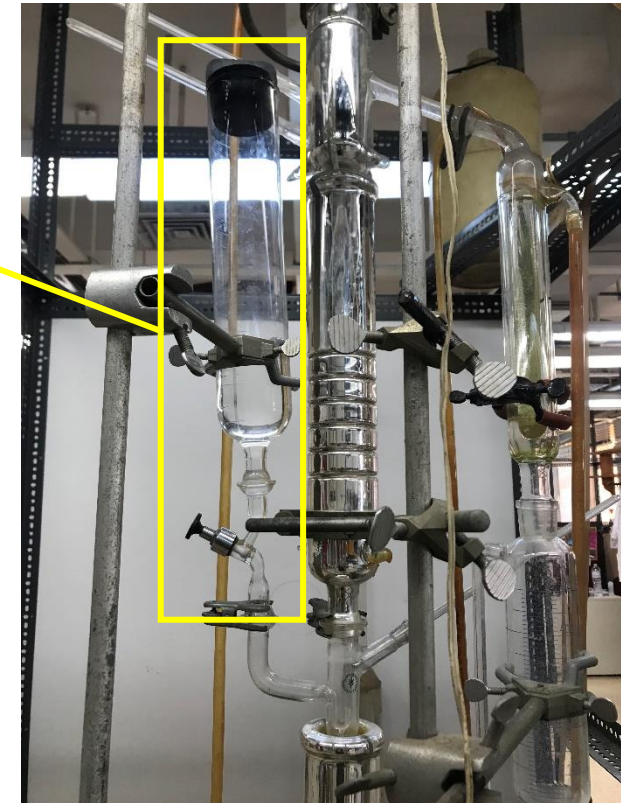
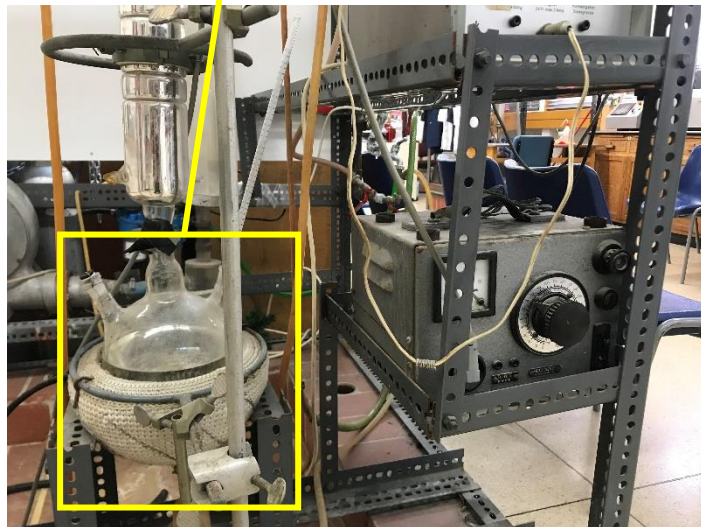


# Περιγραφή πειραματικής διάταξης

(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



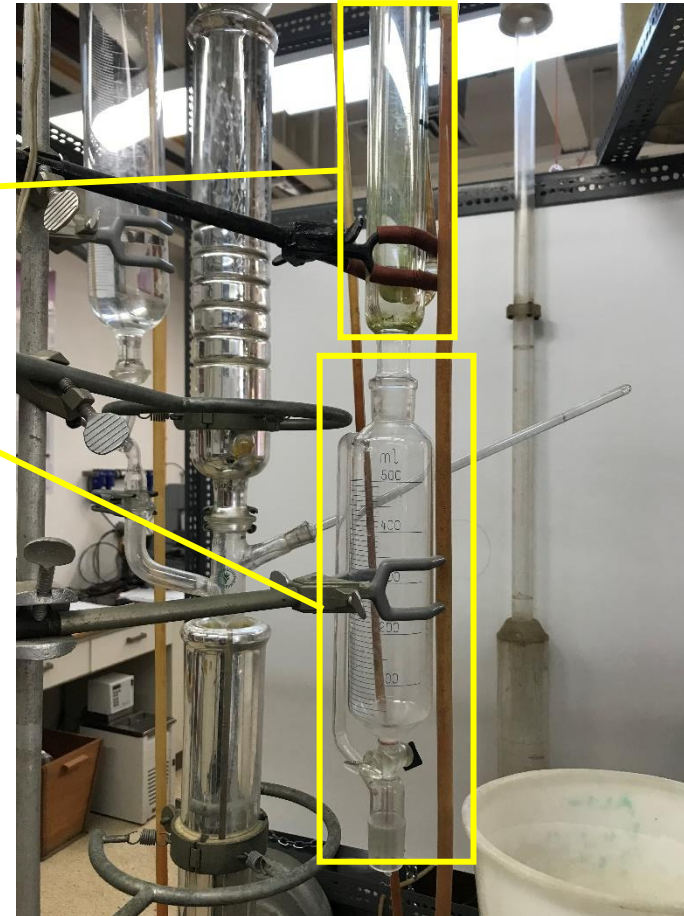
# Περιγραφή πειραματικής διάταξης

---

(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

---

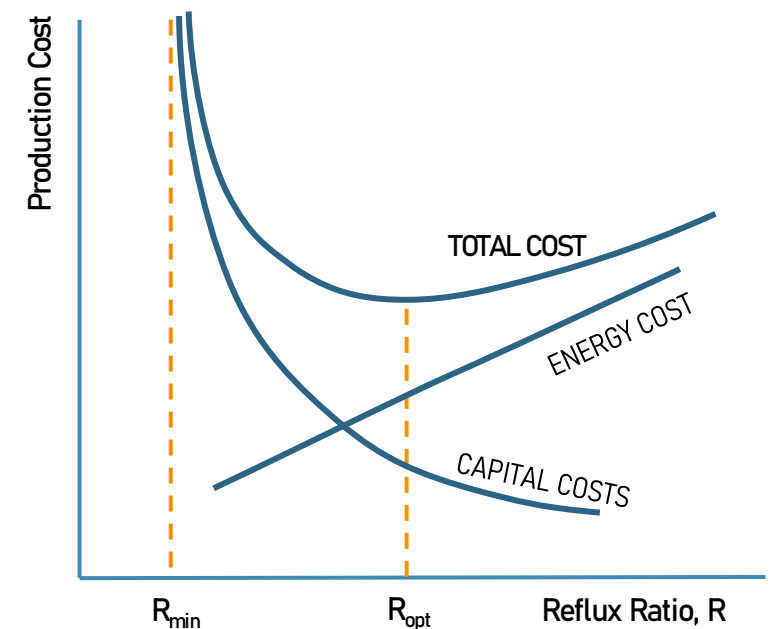
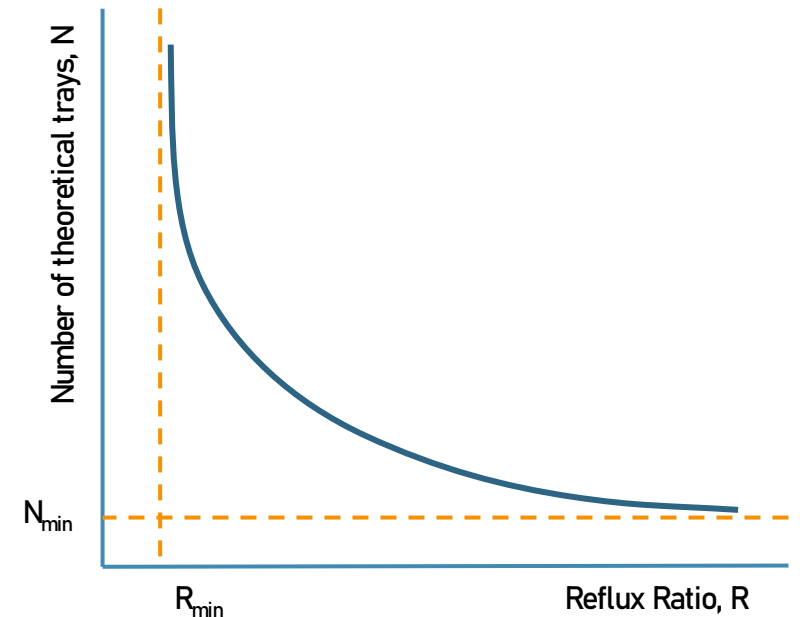
- Ανοίγεται το νερό ψύξης του συμπυκνωτήρα κορυφής και των ψυκτήρων.
- Ρυθμίζεται η παροχή τροφοδοσίας.
- Ρυθμίζεται η θέρμανση του αναβραστήρα
- Ρυθμίζεται ο λόγος αναρροής.
- Περιμένουμε να σταθεροποιηθούν οι θερμοκρασίες (οι οποίες αποτελούν ένδειξη της σύστασης κατά μήκος της στήλης) ώστε η στήλη 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 τον 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  $R$

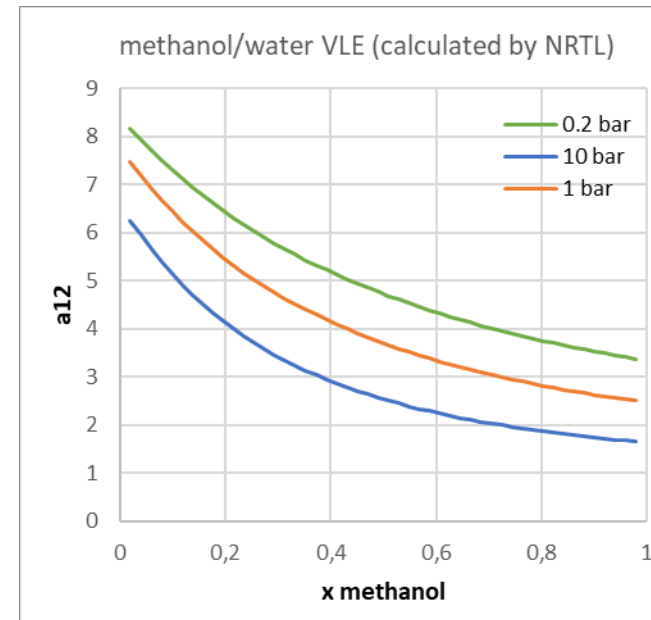
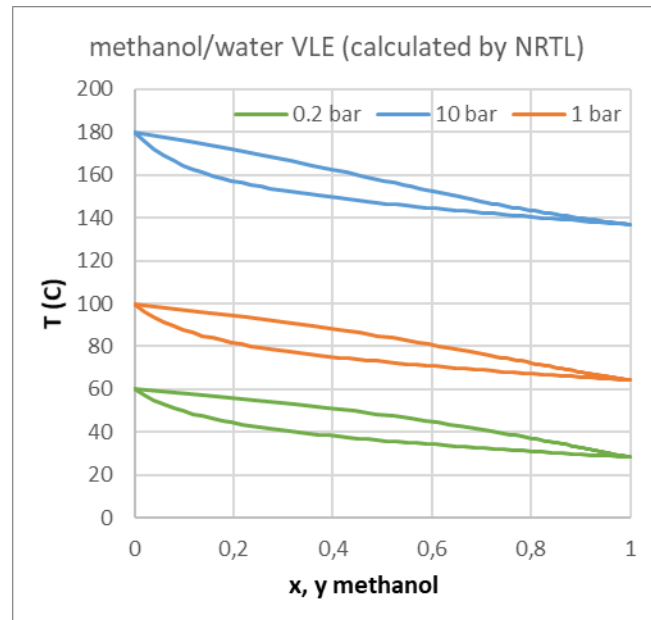




# Ποιοι παράγοντες επηρεάζουν τον διαχωρισμό

Καλύτερος διαχωρισμός επιτυγχάνεται με:

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



## Ισοζύγια μάζας στην αποστακτική στήλη

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

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

## Ισοζύγιο ενέργειας στην αποστακτική στήλη

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

1<sup>st</sup> Law of Thermodynamics for an Open System at Steady-State

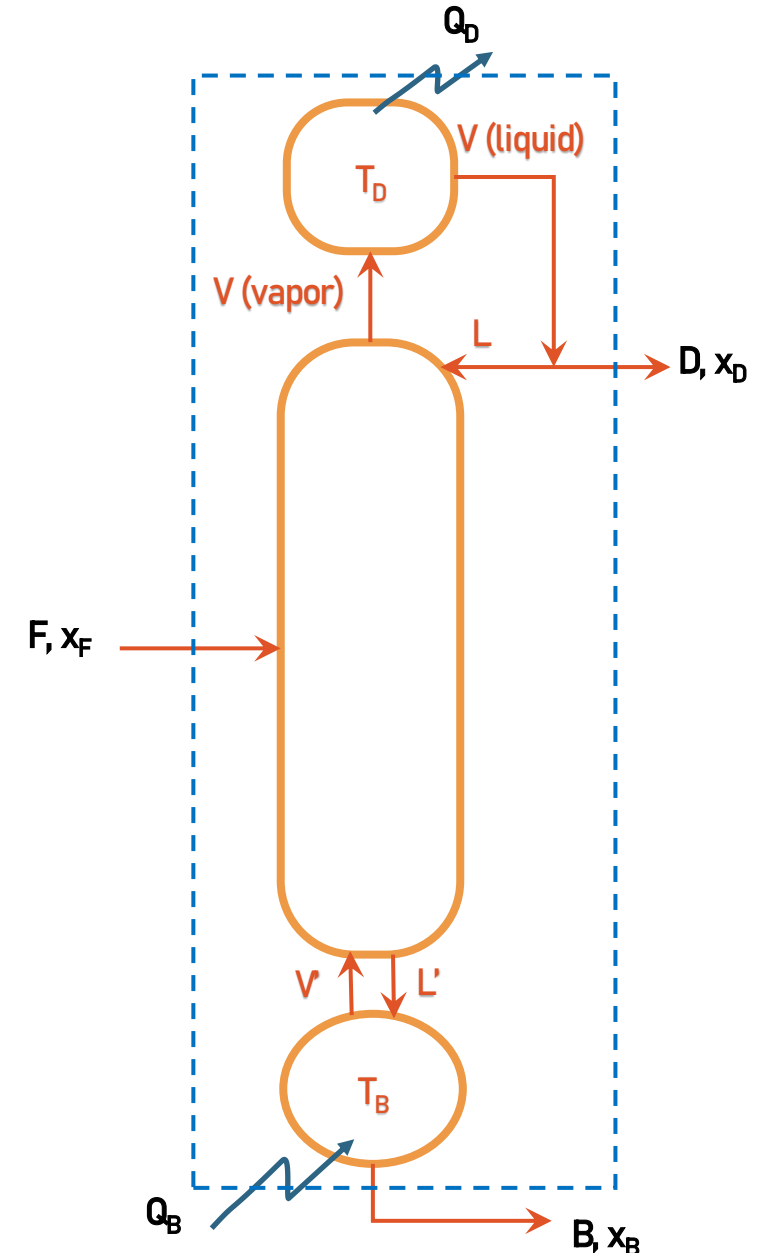
( $\Delta = \text{output} - \text{input}$ )

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

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

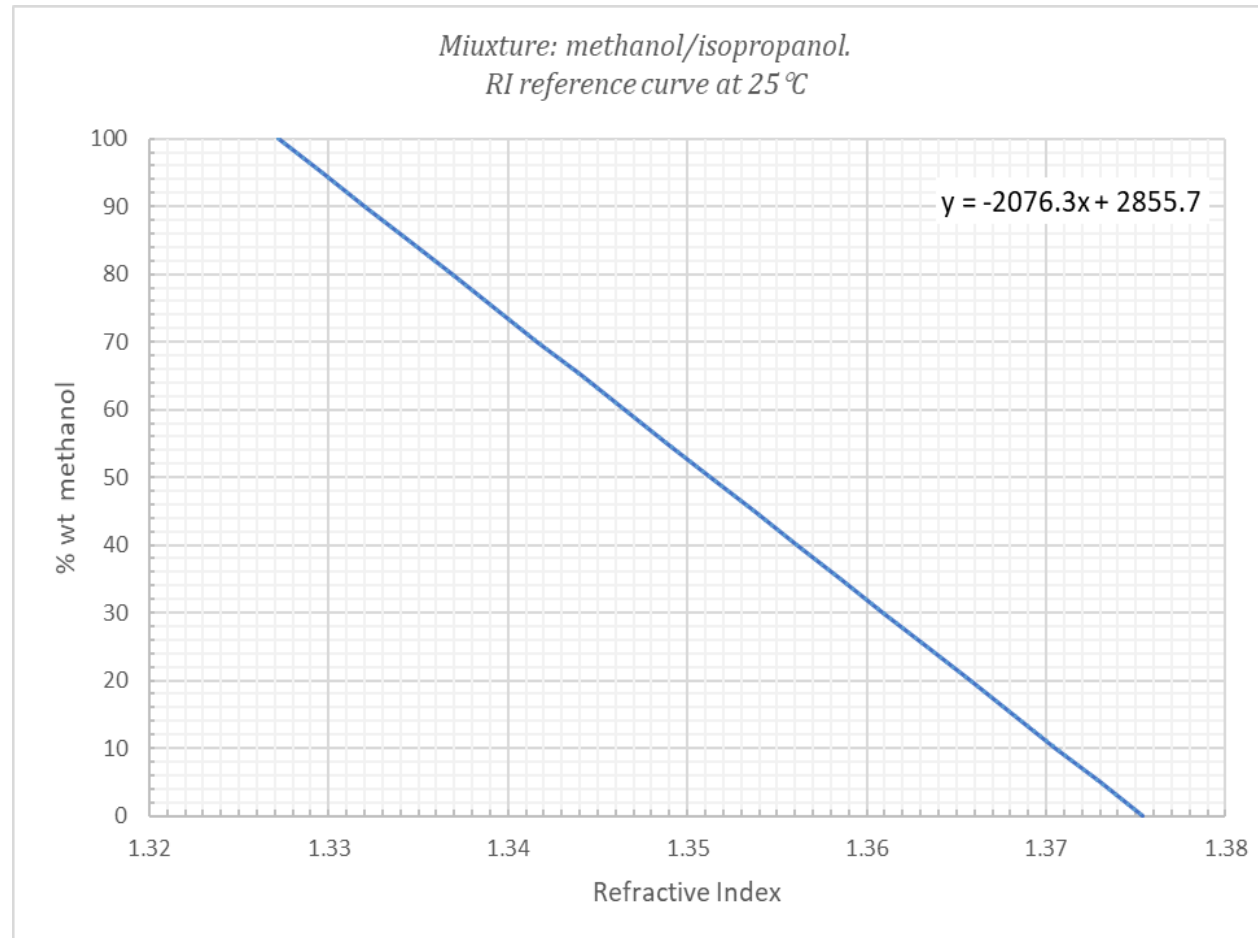
$$\Delta \dot{E}_p = \sum_{\text{output streams}} \dot{m}_j g z_j - \sum_{\text{input streams}} \dot{m}_j g z_j$$

$$Q_B + F h_F = D h_D + B h_B + Q_D$$



# 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:
  - (α) για την κανονική λειτουργία, και
  - (β) 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