

## Экспериментальные исследования эффективности процесса перегонки бинарных веществ

Феоктистов Д. В., инж.

ЭНИН НИ Томского политехнического университета

Рассмотрена проблема эффективного использования теплоты в установках по разделению бинарных водных растворов. Приведены результаты экспериментальных исследований факторов, определяющих эффективность разделения в перегонных аппаратах: мощности подводимой теплоты, концентрации и состава исходного вещества в выделенных температурных интервалах, характеризующих начальные стадии нестационарной работы дистилляционных установок. Указаны направления создания новых систем эффективного управления теплоснабжением промышленных перегонных и ректификационных аппаратов.

**Ключевые слова:** энергосбережение, экспериментальные исследования, нестационарные режимы перегонки.

Сегодня много внимания уделяется повышению эффективности потребления и преобразования энергии в теплообменниках установках химической, нефтехимической, газоперерабатывающей, пищевой промышленности, применяемых в процессах перегонки и ректификации, на реализацию которых в этих отраслях затрачивается до 56 % энергии [1].

Проблемой эффективного использования теплоты в установках по разделению бинарных и многокомпонентных жидкостей специалисты занимаются давно [2], но до настоящего времени практически отсутствуют экспериментальные данные об основных закономерностях этого процесса. Недостаточно проработаны научно-технические вопросы, связанные с влиянием концентрации, состава исходного вещества, значением подводимой к установке теплоты на энергоэффективность процесса разделения. Теоретические основы этих процессов также пока не разработаны на уровне, обеспечивающем возможность прогностического моделирования характеристик их энергоэффективности.

Для проведения экспериментов, моделирующих условия процесса простой перегонки, собрана и модернизирована экспериментальная установка АРНП-2 (рис. 1) производства фирмы «Скиф-Аналит» (Киев). Ее основные элементы: нагреватель (спираль накаливания) 6, охлаждающая емкость (холодильник) 7, колба Вюрца 10, устройство для измерения температуры УКТ38-Щ4. В качестве объектов исследования рассматривали водные бинарные смеси ацетона и этилового спирта — веществ, которые используются как основное или вспомогательное сырье более чем в 150 различных производствах.

На основе предварительных экспериментов и теоретических основ процессов перегонки установлена область значений размер-

ных факторов, определяющих эффективность разделения: мощности подводимой теплоты, концентрации и состава исходного вещества, а также выходных параметров: температуры паровой фазы, производительности, удельных затрат теплоты и длительности технологического процесса. В соответствии с рекомендациями теории планирования эксперимента исследования проводили по классическому рандомизированному плану с использованием инструментов полного факторного анализа на различных этапах работы.

По результатам предварительных экспериментов принята следующая область изменения факторов:

$$0 \leq X_1 \leq 561,4 \text{ Вт}; \quad 0 \leq X_2 \leq 96 \%; \quad X_3 = 60 \text{ мл},$$

где  $X_1 - X_3$  — подводимая к перегонному аппарату тепловая мощность, концентрация исходной бинарной смеси, объем загрузки исходного вещества.

Центр плана эксперимента помещен в точку с координатами:

$$X_1 = 146,9 \text{ Вт};$$

для водного раствора этилового спирта

$$X_2 = 26,6 \%;$$

для водного раствора ацетона

$$X_3 = 50 \%.$$

В факторном пространстве выбрана область проведения экспериментов со следующими интервалами варьирования относительно нулевых уровней для всех объектов исследования:

$$\Delta X_1 = 40,7 \div 225,3 \text{ Вт};$$

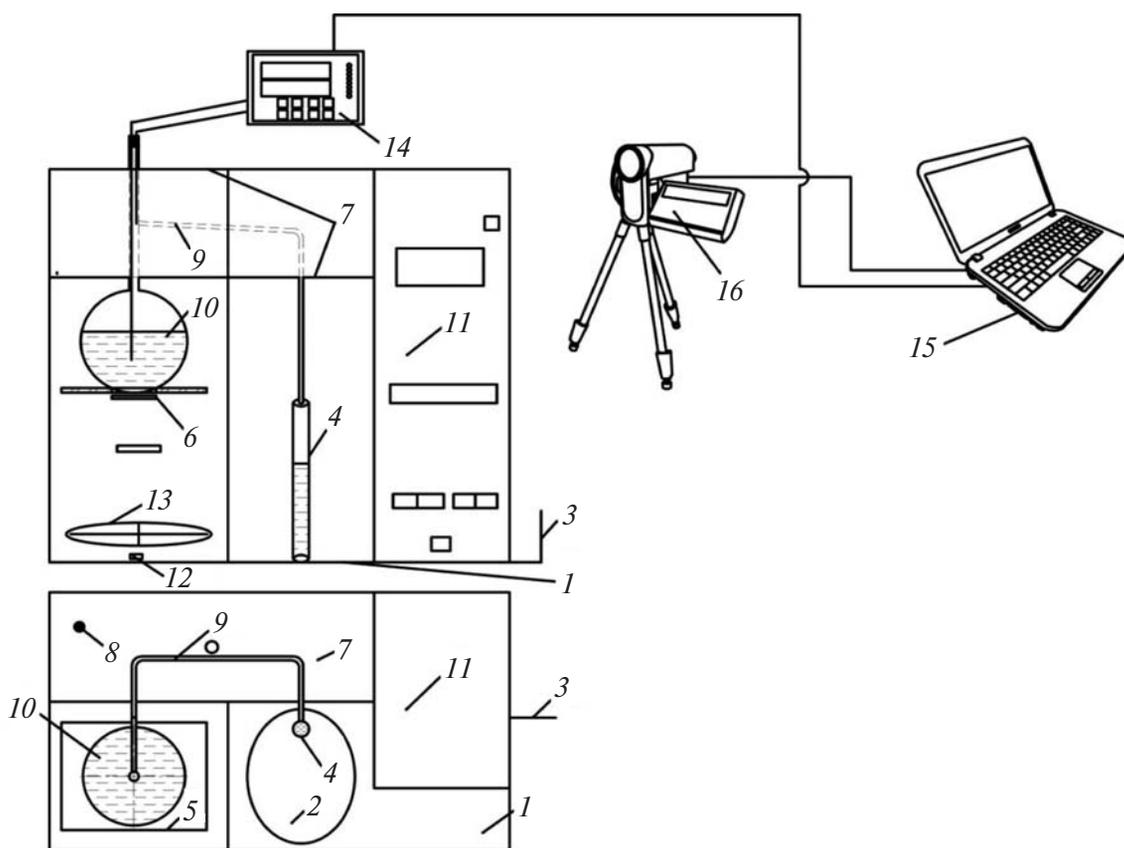


Рис. 1. Схема экспериментальной установки:

1 — основание (стол); 2 — подъемный столик; 3 — рычаг; 4 — мерный цилиндр; 5 — тепловой экран; 6 — спираль накаливания; 7 — охлаждающая емкость (холодильник); 8 — датчик температуры (платиновый термометр сопротивления); 9 — металлическая трубка; 10 — колба Вюрца; 11 — электронный блок регулирования мощности нагревателя; 12 — тумблер включения вентилятора; 13 — вентилятор; 14 — восьмиканальное устройство измерения температуры УКТ38-Щ4; 15 — персональный компьютер; 16 — видеокамера

для водного раствора этилового спирта

$$\Delta X_2 = 16,6 \%;$$

для водного раствора ацетона

$$\Delta X_2 = 13,4 \div 16,6 \%.$$

Колба Вюрца (см. рис. 1), изготовленная из термостойкого стекла, выполняет функцию перегонного куба промышленного аппарата простой перегонки. Температуру в процессе простой разгонки водных смесей ацетона и этилового спирта измеряли в точке отвода паров дистиллята по патрубку колбы Вюрца. Исследования проводили на водных растворах (см. таблицу) при следующих параметрах:  $T_{o.c} = 293 \div 298 \text{ K}$  (температура окружающей среды),  $t_w = 22 \text{ }^\circ\text{C} = 295 \text{ K}$  (начальная температура смеси).

Систематическая погрешность измерения температуры паровой фазы вещества, оцениваемая по методике [3, 4], не превышала 3 %, измерения времени составляла  $\pm 0,05 \%$  и определялась возможностями ПЭВМ. Слу-

чайную ошибку рассчитывали по результатам проведенных экспериментов — выполняли от четырех до шести опытов при фиксированных значениях исследуемых факторов. После этого определяли средние значения выходных величин и их среднеквадратические отклонения  $S$  по методике [3, 4]. Коэффициенты вариации изменяли от 4 до 12 %. Полученные среднеквадратические отклонения и коэффициенты вариации можно считать приемлемыми для проведенных экспериментов в связи со сложностью механизма реализации изучаемого процесса.

По серии экспериментов получены термограммы паровой фазы простой перегонки бинарных водных растворов. На рис. 2 приведена типичная термограмма 40 %-ного (по объему) водного раствора этилового спирта. После анализа установлены интервалы изменения температуры паров, которую измеряли термпарой в точке отвода паровой фазы по патрубку колбы Вюрца, соединенному с охлаждающей емкостью. Выделены следующие хорошо идентифицируемые температурные

№ состава	Легкокипящий компонент (А)	Высококипящий компонент (В)	Объем компонента, мл	
			А	В
1	Технический ацетон высшего сорта (ОКП 24 1811 01 ГОСТ 2768–84)	Дистиллированная вода	30	30
2			40	20
3			20	40
4	Этиловый 40 %-ный (по объему) спирт марки “Люкс” (ГОСТ 5962–67)		60	0
5			40	20
6			30	30

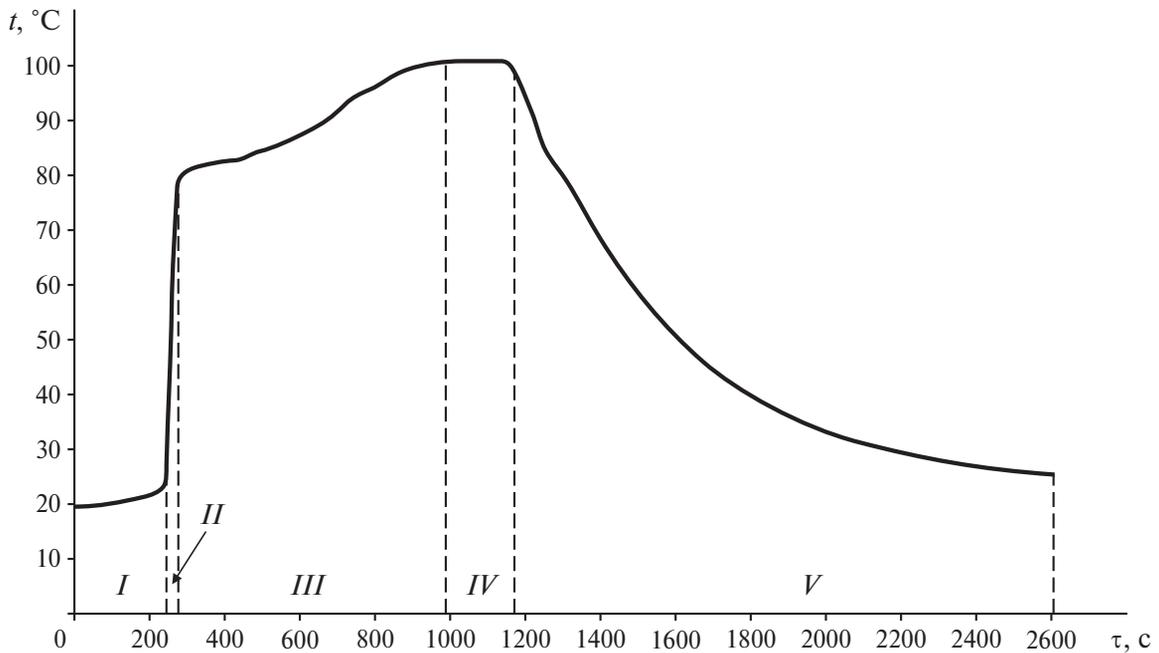


Рис. 2. Экспериментальная термограмма 40 %-ного водного раствора этилового спирта (*I–V* – интервалы изменения температур)

интервалы, характеризующие нестационарные режимы работы дистилляционных аппаратов: *I* – разогрев перегоняемого вещества; *II* – интенсивное увеличение температуры до кипения низкокипящего компонента; *III* – доминирующее испарение низкокипящего компонента; *IV* – доминирующее испарение высококипящего компонента; *V* – охлаждение паров. Следует отметить, что получение дистиллята происходило только при температурах, соответствующих *III* и *IV* интервалам.

Графический метод определения границ интервалов дает их грубую первоначальную оценку. Для более точного определения границ перехода процесса из одного интервала в другой необходимо вычислить скорость изменения температуры паров перегоняемого вещества:

$$\omega_T = dt/d\tau \approx \Delta t/\Delta\tau,$$

где  $t$  – температура паровой фазы, °C.

Экстремумы этой скорости соответствуют границе перехода из одного интервала в другой при разделении водных бинарных растворов смесей методом простой перегонки.

Результаты исследования скорости изменения температуры паровой фазы в интервалах разогрева *I* и интенсивного увеличения температуры *II* представлены на рис. 3 для шести составов водных растворов бинарных смесей (см. таблицу). Сопоставление значений, соответствующих завершению *I* и *II* интервалов ( $I_{I, II} - S_{I, II}$ ) на рис. 3, позволяет сделать вывод о том, что увеличение концентрации легкокипящего компонента в исходном растворе в 2 раза при всех прочих аналогичных условиях сокращает длительность первого интервала на 10 – 15 % и не приводит к заметному изменению продолжительности второго интервала.

Эксперименты показали, что химический состав легкокипящего компонента водного

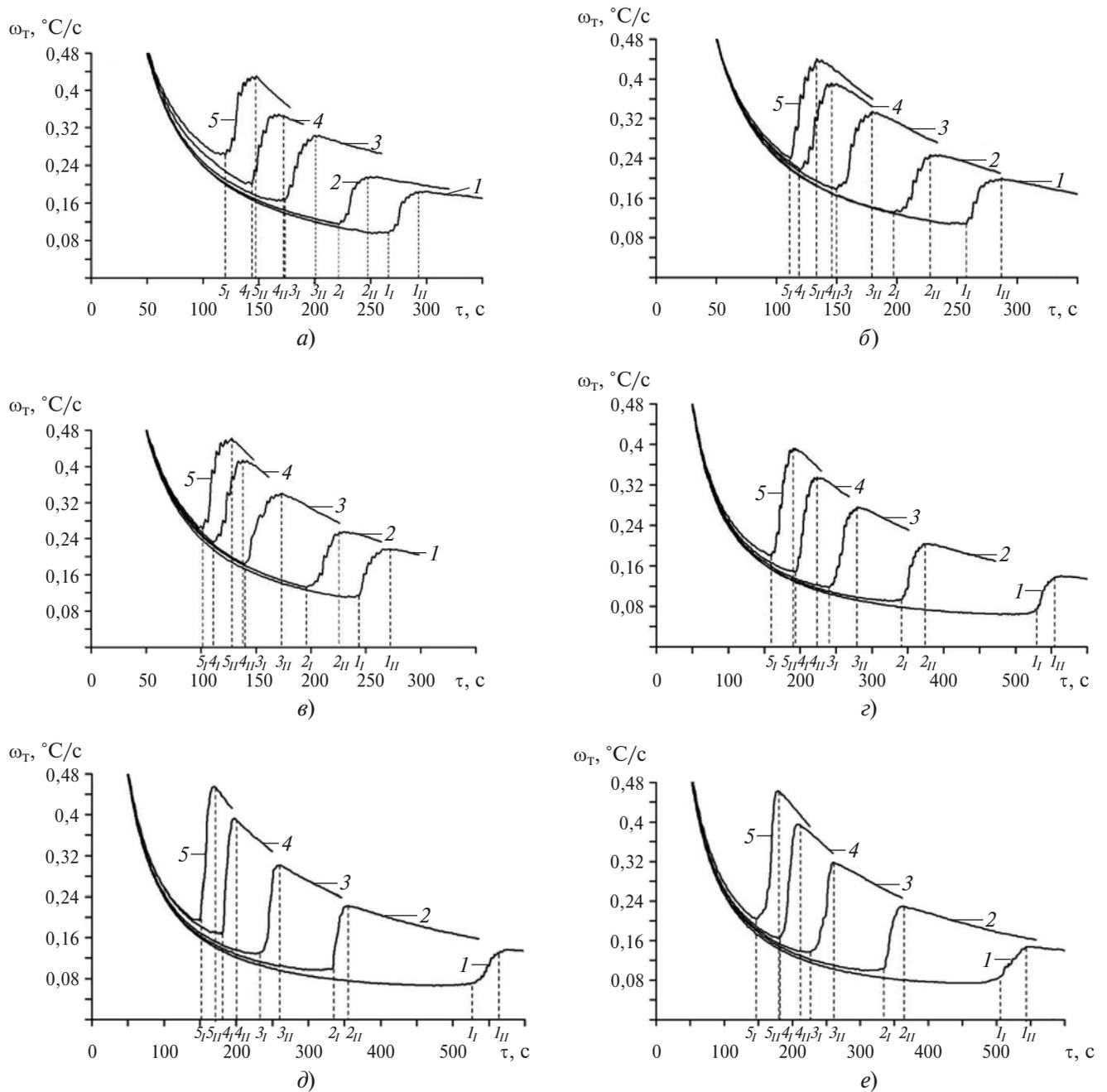


Рис. 3. Зависимости скорости изменения температуры паровой фазы от времени для I и II интервалов процесса простой перегонки:

a – в – водного раствора ацетона: 33,4, 50, 66,6 %; г – е – водного раствора этилового спирта: 20, 26,6, 40 %; 1 – 5 – при подведенной мощности соответственно 40,7, 76, 121,8, 174,9, 225,3 Вт;  $I_{I, II}$  –  $5_{I, II}$  – соответственно завершение I и II интервалов

бинарного раствора является основным фактором, влияющим на температуру паровой фазы, при которой происходит переход из I во II и из II в III интервалы. Для однотипного химического состава значения температуры постоянны. Для водного раствора ацетона температура перехода из I во II интервал равна 27 °С, из II в III – 57,6 °С, для водного раствора этилового спирта – соответственно 30,4 и 78,54 °С. Диапазоны

экспериментальных значений при определении температур перехода интервалов составили соответственно для первого и второго интервалов не более  $\pm 3\%$  и  $\pm 4\%$ , что связано с погрешностью проводимых экспериментов. Следует отметить, что значение температуры, при которой происходит завершение II интервала для водного раствора ацетона и этилового спирта, сопоставимо со значениями температур кипения ацетона (56 °С) и этило-

вого спирта (78,3 °С). Различие не превышает 3 %. Можно обоснованно предположить, что завершение *II* интервала в процессе простой перегонки бинарных веществ осуществляется в момент достижения паровой фазой температуры кипения легкокипящего компонента, входящего в состав исходной смеси.

Поскольку для идентичных по химическому составу бинарных водных растворов переход из одного в другой процесс происходит при одинаковых температурах паровой фазы, можно сделать вывод, что количество теплоты, необходимой для завершения разогрева, зависит только от концентрации. Установлено, что при увеличении концентрации легкокипящего компонента в исходной смеси количество этой теплоты уменьшается. Причиной такого эффекта, вероятно, является то, что масса и теплоемкость легкокипящих компонентов ацетона и этилового спирта меньше, чем высококипящего компонента дистиллированной воды. Следовательно, количество необходимой для завершения разогрева теплоты уменьшается и, как следствие, сокращается продолжительность данной стадии.

Во всех экспериментах зарегистрировано снижение скорости изменения температуры паровой фазы в режиме разогрева *I* и стабильное ее повышение во *II* интервале (см. рис. 3). Это можно объяснить следующим образом. Концу *I* и началу *II* интервалов соответствует процесс интенсивного закипания исходной смеси с образованием паровых пузырей, их последующего достижения поверхности и разрушения (зафиксировано во всех экспериментах видеосъемкой). Отсюда увеличение скорости движения переносимой частицы перегоняемого вещества и скорости изменения температуры паровой фазы, что в свою очередь способствует более интенсивному повышению температуры паровой фазы во *II* интервале по сравнению с *I*, соответствующему разогреву исходной смеси, когда внутренняя энергия молекул и их скорость малы для интенсивного испарения легкокипящего компонента.

На основе анализа полученных результатов можно обоснованно предположить, что для уменьшения затрат теплоты в процессе разогрева необходимо подводить минимальное количество теплоты, требуемой для проведения технологического процесса. Следует отметить, что в данном случае увеличивается

его продолжительность. Во всех проводимых сериях экспериментов установлено, что для уменьшения продолжительности интервала разогрева перегоняемого раствора на 10 % необходимо увеличить мощность нагрева минимум на 80 %, причем соотношение длительности *I* интервала и подводимой теплоты увеличивается в сторону последней на несколько порядков. Определенное влияние на рассматриваемый процесс оказывают химический состав и концентрация легколетучего компонента в исходной смеси. Однозначно масштабы данных эффектов сложно оценить в связи с многообразием водных растворов и трудоемкостью эксперимента. Определено, что установленный выше порядок соотношения для всех рассматриваемых бинарных водных растворов практически идентичен.

Выявлено, что затраты теплоты, необходимые для завершения процесса интенсивного увеличения температуры до кипения низкокипящего компонента (интервал *II*), зависят только от химического состава разделяемого водного раствора. Продолжительность данной стадии не зависит от количества подводимой теплоты и концентрации (см. рис. 3). Следовательно, во *II* интервале технологического цикла можно уменьшать количество подводимой теплоты до значений, обеспечивающих разделение.

Таким образом, возможно создание специальной системы автоматизации и эффективного управления теплоснабжением промышленных перегонных и ректификационных аппаратов вариативным регулированием тепловых потоков в области фазовых переходов в интервалах разогрева *I* и интенсивного увеличения температуры *II* технологического цикла процесса разделения бинарных водных растворов.

#### Список литературы

1. Комиссаров Ю. А., Гордеев Л. С., Вент Д. П. Научные основы процессов ректификации. Т. 1. — М.: Химия, 2004.
2. Зельвенский Я. Д. Пути энергосбережения при разделении смесей ректификацией. — Химическая промышленность, 2001, № 5.
3. Шенк Х. Теория инженерного эксперимента. — М.: Мир, 1972.
4. Рабинович С. Г. Погрешности измерений. — Л.: Энергия. Ленингр. отд-ние, 1978.

fdv@tpu.ru