

3.1. РАЗДЕЛЕНИЕ ВОДНОГО РАСТВОРА ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ ПРОСТОЙ ПЕРЕГОНКОЙ

Содержание работы

Простая перегонка (или дистилляция) представляет собой процесс разделения смеси жидкостей на компоненты путём превращения жидкости в пар при кипении с последующей конденсацией пара.

Образующийся конденсат называют *дистиллятом* или *продуктом*, а жидкость, остающуюся в сосуде, в котором производится её кипение (так называемом «кубе»), – *кубовой жидкостью* или *кубовым остатком*.

Если количество¹ жидкой исходной смеси равно n_F , количество образовавшегося дистиллята – n_D , а количество кубового остатка – n_W ², то материальный баланс системы в целом определяется выражением:

$$n_F = n_D + n_W. \quad (3.1.1)$$

Если молярная доля одного из компонентов в жидкой исходной смеси равна x_F , в дистилляте – x_D , а в кубовом остатке – x_W , то материальный баланс этого компонента определяется выражением:

$$x_F \cdot n_F = x_D \cdot n_D + x_W \cdot n_W. \quad (3.1.2)$$

Обычно уравнение (3.1.2) составляется для самого низкокипящего, то есть легколетучего компонента смеси.

В теории простой перегонки устанавливается также соотношение между количествами исходной смеси и кубового остатка и концентрациями. Это соотношение определяется уравнением:

$$\ln \frac{n_F}{n_W} = \int_{x=x_W}^{x=x_F} \frac{dx}{y^* - x}, \quad (3.1.3)$$

где y^* – молярная доля легколетучего компонента в паровой фазе, равновесная молярной доле его в жидкой фазе (x).

Уравнения (3.1.1)...(3.1.3) должны рассматриваться как система алгебраических уравнений, в которых фигурируют 6 переменных, а именно: n_F , n_D , n_W , x_F , x_D , x_W . Очевидно, эта система может быть решена аналитически относительно любых 3-х величин. Например, если известно количество исходной смеси, а также известны концентрации жидкой смеси в начале и в конце перегонки, то могут быть спрогнозированы количество получаемого дистиллята и его состав.

Количество вещества системы n может быть рассчитано по формуле:

$$n = \frac{\rho V}{M}, \quad (3.1.4)$$

где ρ – плотность системы;

V – объём системы;

M – молярная масса системы.

Молярная масса бинарной смеси, состоящей из компонентов А и В, в которой молярная доля компонента А равна x_A , вычисляется по формуле:

$$M = M_A \cdot x_A + M_B \cdot (1 - x_A), \quad (3.1.5)$$

где M_A и M_B – молярные массы компонентов А и В, соответственно.

Концентрация компонента в смеси может быть определена каким-либо инструментальным методом, например, по косвенному параметру – оптическому показателю преломления, определяемому методом рефрактометрии.

Кроме того, как известно, жидкие смеси определённого состава имеют вполне определённую температуру кипения; таким образом, температура кипения смеси может служить косвенным показателем её состава.

Цель работы: разделение жидкой бинарной смеси этиленгликоль — вода методом простой перегонки; сравнение экспериментально полученных значений количества и качества (состава) дистиллята со значениями, рассчитанными теоретически.

¹ Термин «количество» здесь употребляется в значении «физическая величина, определяемая числом структурных элементов (например, молекул), содержащихся в системе».

² Индексы “F”, “D” и “W” — на основе англ. feed – питание, distillate – дистиллят и waste – отходы, соответственно.

Схема лабораторной установки и её описание

Схема лабораторной установки изображена на рис. 3.1.

Основными элементами лабораторной установки являются куб-кипятыльник K , в котором находится разделяемая смесь жидкостей (раствор этиленгликоля в воде), холодильник-конденсатор пара XK и сборник дистиллята C .

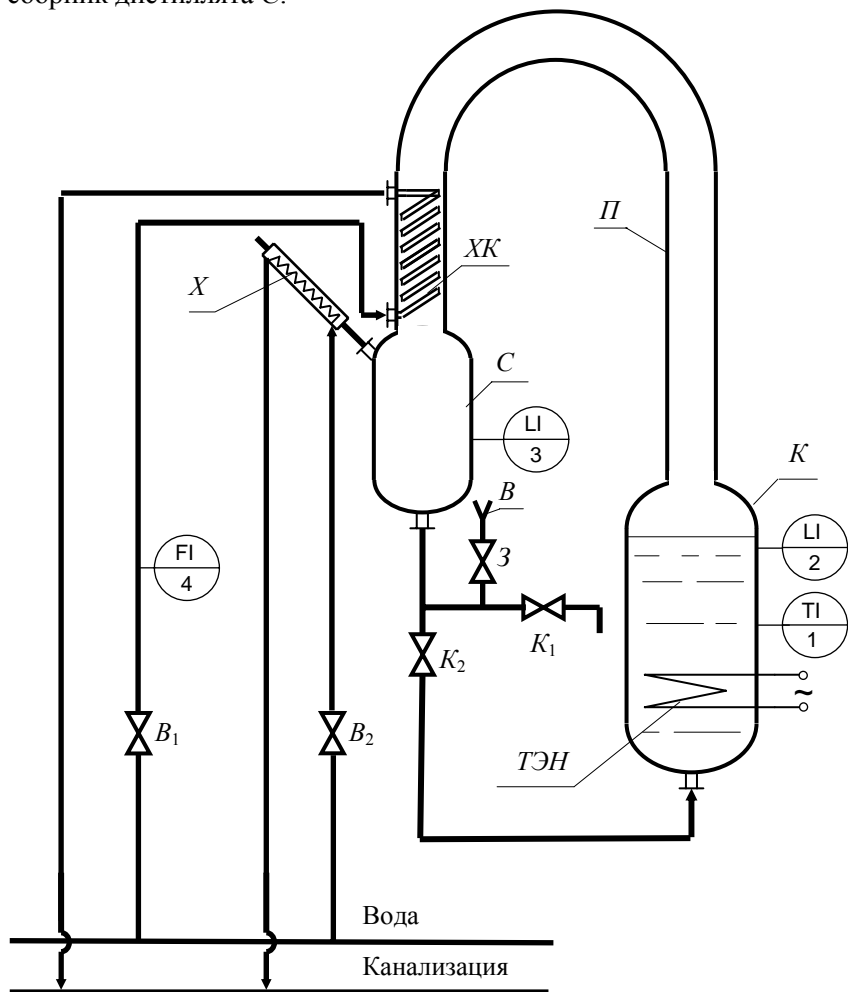


Рис. 3.1. Схема лабораторной установки для проведения простой перегонки смеси жидкостей

Для обеспечения кипения жидкости куб оборудован трубчатым электронагревателем $TЭH$. Температура жидкости в кубе фиксируется термометром (поз. 1); объём жидкости – по отградуированной шкале на поверхности сосуда (поз. 2). Образующиеся при кипении жидкости пары поступают в конденсатор XK по паропроводу Π .

Образующийся в холодильнике-конденсаторе XK дистиллят стекает в сборник C , соединённый с атмосферой обратным холодильником X , предотвращающим попадание органических паров в помещение лаборатории. Объём дистиллята в сборнике определяется по отградуированной шкале на поверхности сосуда (поз. 3).

Линия, перекрываемая краном K_1 , служит для отбора пробы дистиллята.

Возврат дистиллята из сборника C в куб-кипятыльник K осуществляется по соединительной линии при открытом кране K_2 (или через обратный холодильник X).

Рекомендации по выполнению работы

Перед включением установки в работу убедиться, что кран K_1 на линии отбора пробы полностью закрыт, а кран K_2 на линии возврата дистиллята из сборника в куб-кипятыльник полностью открыт.

1. Зафиксировать объём исходной смеси V_F в кубе-кипятыльнике.

2. Открыть полностью вентиль B_1 на линии подачи воды в холодильник-конденсатор; приоткрыть на $\frac{1}{3}$ оборота маховика вентиль B_2 на линии подачи воды в обратный холодильник. (Примечание: после модернизации установки, подача воды в холодильник-конденсатор и обратный холодильник осуществляется одним вентилем B_1).

3. Включить тумблер подачи электропитания на спиральный нагреватель. Включить электропитание электронагревателя.

После того, как жидкая смесь в кубе закипит, выждать 7...10 минут, в течение которых достигается стационарный режим разделения.

4. Закрыть кран K_2 на линии возврата дистиллята из сборника в куб-кипятыльник.

Этот момент времени считается началом перегонки.

Отметить температуру кипения смеси t_F в этот момент времени.

5. После отбора указанного преподавателем количества дистиллята зафиксировать температуру кипения смеси t_W и отключить

подачу электропитания на трубчатый электронагреватель.

6. Через 5...10 минут, в течение которых дистиллят в сборнике охладится до комнатной температуры, произвести отбор пробы дистиллята для определения его состава.

Для этого, открыв кран K_1 , слить в заранее подготовленный химический стакан вместимостью 100 мл не менее 50 мл дистиллята после чего кран K_1 закрыть.

Концентрация этиленгликоля в дистилляте определяется по косвенному параметру – оптическому показателю преломления, измеряемому с помощью рефрактометра.

7. Открыть кран K_2 и слить дистиллят из сборника C в кубикопиятельник K .

8. Вернуть в установку отобранные пробы дистиллята через обратный холодильник X .

9. Отключить подачу воды в холодильник-конденсатор и в обратный холодильник.

Рекомендации по обработке экспериментальных данных

1. По табличным данным построить Т-х,у диаграмму (рис. 3.2), отметив на ней температуры t_W и t_F , составы x_W , x_F и $x_{D, \text{эксп}}$ (значения x_W и x_F находятся на диаграмме по температурам t_W и t_F , значение $x_{D, \text{эксп}}$ по показателю преломления дистиллята).

2. Определить количества исходной смеси n_F и дистиллята $n_{D, \text{эксп}}$ по формуле (3.1.4).

Для этого использовать зафиксированные значения объёмов исходной смеси V_F и дистиллята V_D .

При расчёте по (3.1.5) молярной массы исследуемой системы рекомендуется считать компонентом А воду, имеющую молярную массу $M_{H_2O} = 18,015 \cdot 10^{-3}$ кг/моль, а компонентом В — этиленгликоль, молярная масса которого $M_{C_2H_6O_2} = 62,07 \cdot 10^{-3}$ кг/моль.

3. Рассчитать теоретическую концентрацию этиленгликоля в дистилляте $x_{D, \text{расч}}$.

Полагая известными 3 параметра (x_F , x_W и n_F) и решая систему уравнений (3.1.1)...(3.1.3) относительно x_D , получают формулу для расчёта искомой концентрации:

$$x_{D, \text{расч}} = \frac{x_F \cdot e^S - x_W}{e^S - 1}, \quad (3.1.6)$$

$$\text{где } S = \int_{x=x_W}^{x=x_F} \frac{dx}{y^* - x}.$$

Для определения интеграла S рекомендуется предварительно вычислить значения интегрируемой функции $f = (y^* - x)^{-1}$ при различных значениях x , используя данные таблицы равновесных составов (см. с. 56). Значения y^* при $x = x_W$ и $x = x_F$ могут быть найдены линейной интерполяцией по известным ближайшим табличным величинам y^* . Величины $x_2 \dots x_{k-1}$ рекомендуется принять тождественными табличным. Подготовленную числовую информацию внести в таблицу:

| № п/п | $x \cdot 10^2$, МОЛЬ МОЛЬ | $y^* \cdot 10^2$, МОЛЬ МОЛЬ | $(y^* - x) \cdot 10^2$, МОЛЬ МОЛЬ | f |
|----------|----------------------------------|------------------------------------|--|-----|
| 1 | $[x_W]$ | | | |
| 2 | | | | |
| ... | | | | |
| $k-1$ | | | | |
| k | $[x_F]$ | | | |

Величина интеграла S , то есть площадь, ограниченная осью абсцисс, ординатами, проходящими через точки $x = x_W$ и $x = x_F$, и кривой функции f , может быть определена по одной из квадратурных формул. Здесь рекомендуется применить формулу трапеций:

$$S \cong \frac{f_1 + f_2}{2} \cdot (x_2 - x_1) + \left(\frac{f_2}{2} + f_3 + \dots + f_{k-2} + \frac{f_{k-1}}{2} \right) \cdot \Delta x + \frac{f_{k-1} + f_k}{2} \cdot (x_k - x_{k-1}). \quad (3.1.7)$$

При начальной концентрации раствора не более 0,04 моль/моль рекомендуется принять $\Delta x = 0,002$ моль/моль соответственно шагу изменения концентрации (в интервале $x = 0,0 \dots 0,04$ моль/моль) в указанной таблице. При $x_F > 0,04$ моль/моль рекомендуется принять $\Delta x = 0,005$ моль/моль.

Значения интеграла S можно также найти графически, как площадь подынтегральной кривой, построенной как зависимость функции $f = (y^* - x)^{-1}$ от x (рис. 3.3).

4. Рассчитать теоретическое количество получаемого дистиллята $n_{D, \text{расч}}$.

Решая систему уравнений (3.1.1)...(3.1.3) относительно n_D , получают формулу для расчёта искомой величины:

$$n_{D, \text{расч}} = n_F \cdot (1 - e^{-S}) \quad (3.1.8)$$

Измеренные и рассчитанные параметры рекомендуется занести в таблицу:

| № | Исходная смесь | | | | | | | | Остаток | | |
|---|----------------|------------|-------------------|---------------------|------------------|----------------|--------------|------------|------------|-------------------|---------------------|
| | V_F , л | t_F , °C | x_F , моль/моль | \bar{x}_F , кг/кг | ρ_F , кг/м³ | M_F , г/моль | n_F , моль | m_F , кг | t_w , °C | x_w , моль/моль | \bar{x}_w , кг/кг |
| 1 | | | | | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | | | | | |

| Дистиллят | | | | | | | | | | | |
|-----------|-----|----------------------------------|------------------------------------|------------------|----------------|-----------------------------|---------------------------|----------------------------------|------------------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| V_D , л | r | $x_{D, \text{эксп}}$, моль/моль | $\bar{x}_{D, \text{эксп}}$, кг/кг | ρ_D , кг/м³ | M_D , г/моль | $n_{D, \text{эксп}}$, моль | $m_{D, \text{эксп}}$, кг | $x_{D, \text{расч}}$, моль/моль | $\bar{x}_{D, \text{расч}}$, кг/кг | $n_{D, \text{расч}}$, моль | $m_{D, \text{расч}}$, кг |
| | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | |

Проанализировать значения количества и качества (состава) дистиллята, полученные экспериментально и рассчитанные теоретически, и сделать выводы по работе.

Зависимость показателя преломления водных растворов этиленгликоля при 20°C от состава

| $w_{ЭГ} \cdot 10^2$, кг/кг | 0 | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 100 |
|-----------------------------|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| r | 1.333 | 1.34242 | 1.35238 | 1.36253 | 1.37275 | 1.38313 | 1.39336 | 1.40340 | 1.41315 | 1.42262 | 1.43188 |

Плотность водных растворов этиленгликоля при 20°C

| $w_{ЭГ} \cdot 10^2$, кг/кг | ρ , кг/м³ |
|-----------------------------|----------------|
| 0,00 | 998 |
| 3,95 | 1005 |
| 7,85 | 1010 |
| 11,65 | 1015 |
| 15,36 | 1020 |
| 18,99 | 1025 |
| 22,65 | 1030 |
| 26,30 | 1035 |
| 29,88 | 1040 |

| | |
|-------|------|
| 33,53 | 1045 |
| 37,24 | 1050 |
| 40,98 | 1055 |
| 44,74 | 1060 |
| 48,59 | 1065 |
| 52,60 | 1070 |
| 56,72 | 1075 |
| 60,93 | 1080 |
| 65,35 | 1085 |
| 70,03 | 1090 |
| 74,92 | 1095 |
| 80,12 | 1100 |
| 85,90 | 1105 |
| 92,24 | 1110 |
| 99,34 | 1115 |

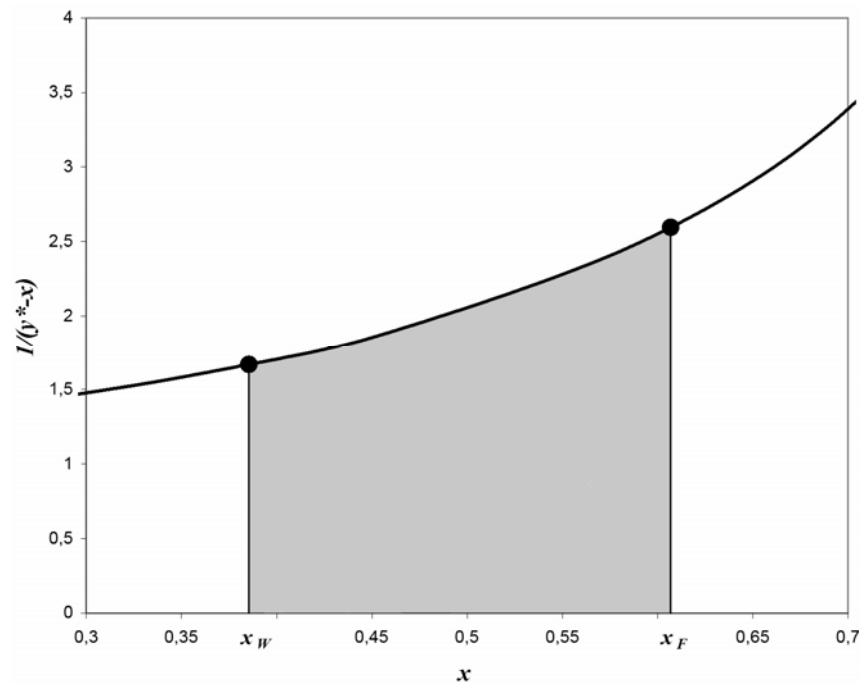


Рис. 3.3. Нахождение интеграла графическим методом.

ВОДА-ЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

| $x_{\text{вода}},$ мол. % | $y_{\text{вода}},$ 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 |

Источники данных:
Коган В. Б. и др. Равновесие
между жидкостью и паром.

Недостающие данные получены
экстраполяцией данных для более
низких давлений до 760 мм рт. ст.

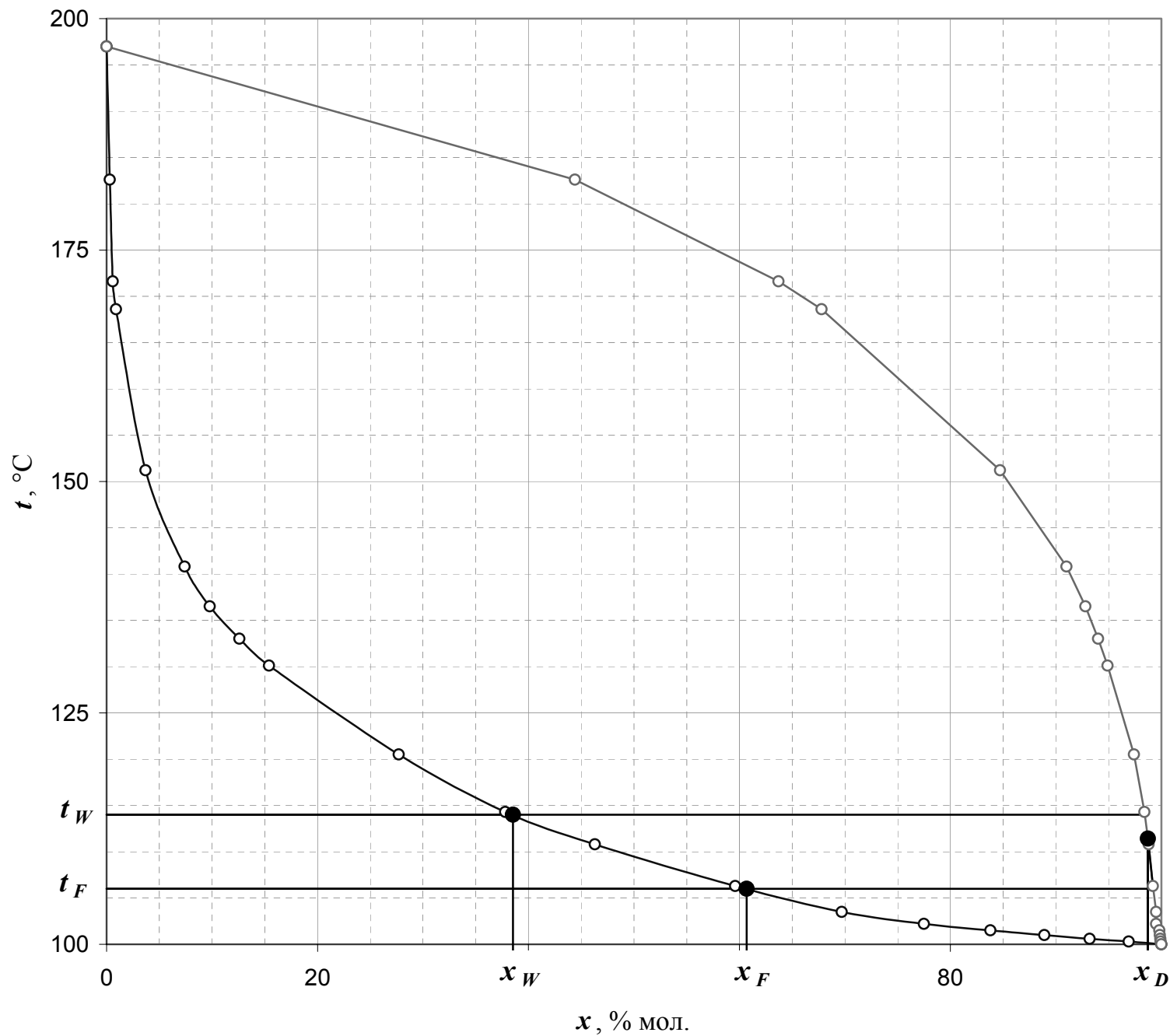


Рис. 3.2. Изображение процесса простой перегонки на T-x,y диаграмме