

BADANIE APARATU DO DESTYLACJI PROSTEJ

1. Cel i zakres ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie budowy i zasady działania destylarki do destylacji prostej o działaniu okresowym oraz wyznaczenie współczynnika oddestylowania Z w zależności od wybranych parametrów konstrukcyjnych i eksploatacyjnych aparatu.

2. Podstawy teoretyczne

Destylacja polega na przeprowadzeniu cieczy w parę, następnie na skropleniu pary i zebraniu tzw. destylatu. Parowanie cieczy zachodzi w każdej temperaturze. Szybkość parowania zależy od wysokości temperatury. Parę nad fazą ciekłą w stanie równowagi nazywamy parą nasyconą. Jeżeli w czasie ogrzewania cieczy prężność pary nasyconej osiągnie wartość ciśnienia zewnętrznego, rozpoczyna się proces wrzenia. Ciecz paruje wówczas nie tylko na powierzchni, lecz w całej objętości, czego dowodem jest powstawanie pęcherzyków par wewnątrz cieczy. Temperaturę, w której ciśnienie pary nasyconej równa się ciśnieniu zewnętrznemu, nazywa się temperaturą wrzenia danej substancji. Dalsze doprowadzenie ciepła po rozpoczęciu wrzenia cieczy nie powoduje wzrostu temperatury, jest ono całkowicie zużyte na zamianę faz, czyli na ciepło parowania.

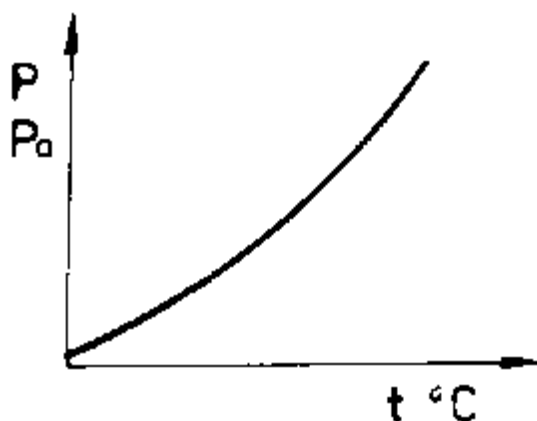
Metodą destylacji możemy rozdzielić mieszaninę składającą się z dwóch lub więcej lotnych składników pod warunkiem, że ciecze będące składnikami mieszaniny będą miały różne temperatury wrzenia.

Podczas wrzenia mieszaniny składającej się ze składników o różnej lotności (surówki), składnik bardziej lotny (niskowrzący) przechodzi do fazy parowej w stosunkowo większej ilości niż składnik mniej lotny. Otrzymana para wzbogacona o składnik niskowrzący po skropleniu tworzy destylat, zaś pozostała faza ciekła zawierająca przeważnie składniki mniej lotne tworzą tzw. ciecz wyczerpaną (wywar). Na proces destylacji składają się zatem dwa zabiegi: z jednej strony częściowe odparowanie cieczy, z drugiej - skroplenie wytworzonej pary. Do momentu rozdzielenia obie fazy znajdują się w stanie równowagi termodynamicznej lub bardzo bliskim stanowi równowagi.

Klasyfikacja mieszanin dwuskładnikowych

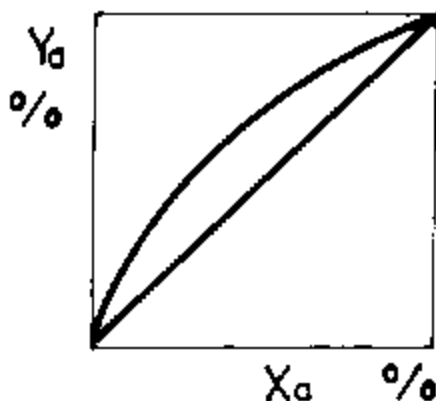
Mieszaniny dwuskładnikowe dzielone są na następujące grupy:

- mieszaniny chemicznie jednorodne: faza gazowa i ciekła zawierają ten sam czynnik, obie fazy są więc chemicznie jednorodne (np. para wodna w stanie nasycenia (rys. 33.1),
- o nieograniczonej rozpuszczalności wzajemnej składników mieszaniny. Jest to przypadek w destylacji najczęstszy.



Rys. 33.1. Krzywa nasycenia dla mieszaniny jednorodnej [33.1]

Krzywa równowagi stężenia składnika bardziej lotnego w oparach y w funkcji stężenia tego składnika w cieczy x , $y = f(x)$, może mieć kształt przedstawiony na rys. 33.2.



Rys. 33.2. Krzywa równowag składników o nieograniczonej rozpuszczalności wzajemnej [33.1]

Do takich mieszanin należą: etanol-woda, etanol-benzen. Całkowita prężność par tej mieszaniny ma maksimum odpowiadające określonemu składowi cieczy. Mieszaniny, których krzywe równowagi nie posiadają maksimum ani minimum nazywają się mieszaninami prostymi lub idealnymi. Tworzeniu tych mieszanin nie towarzyszy zauważalny efekt cieplny. Mieszaniny idealne spełniają prawo Raoult: ciśnienie cząstkowe pary składnika jest równe ciśnieniu pary nasyconej tego składnika w danej temperaturze pomnożonemu przez jego udział molowy w cieczy.

$$p_a = P_a \cdot x_a, \quad P_a, \quad (33.1)$$

gdzie:

- p_a - ciśnienie cząstkowe pary składnika a, P_a ,
- P_a - ciśnienie pary nasyconej składnika a, P_a ,
- x_a - udział molowy składnika w cieczy.

- faza ciekła zawiera składniki całkowicie nierozpuszczalne w sobie, np. woda-benzen. W tym przypadku, zgodnie z prawem Daltona, całkowita prężność par równa się sumie prężności par czystych składników.

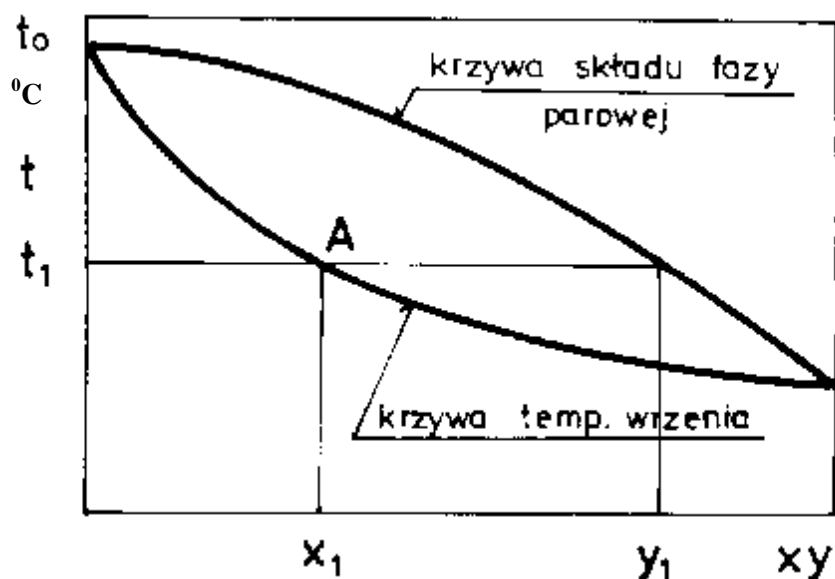
Podstawowe prawa destylacji

- 1) Para znajdująca się w równowadze z roztworem zawsze zawiera w nadmiarze ten składnik, którego dodanie do roztworu obniża jego temperaturę wrzenia.
- 2) Dla roztworów, których krzywa prężności posiada maksimum lub minimum, istnieje taki skład roztworu ciekłego, dla którego wydzielające się pary mają ten sam skład co faza ciekła. Mieszanina taka nazywa się nierozdzielnie wrząca lub azeotropowa.

Wykresy temperaturowe

Właściwości mieszanin dwuskładnikowych mogą być przedstawione na wykresie temperaturowym (rys. 33.3). Na osi rzędnych odłożono temperatury wrzenia, a na odciętych - zawartość składnika niżej wrzącego w fazie ciekłej i parowej. Aby określić temperaturę wrzenia t_1 i skład fazy parowej y_1 dla danego składu fazy ciekłej x_1 wykres sporządza się w następujący sposób.

Z punktu x_1 wystawia się prostopadłą do przecięcia się z krzywą temperatury (punkt A). Linia równoległa do osi odciętych przechodząca przez punkt A wyznacza na osi rzędnych temperaturę wrzenia t_1 i skład pary y_1 na krzywej składu pary. Graficzne rozwiązanie tego problemu przedstawiono na rys. 33.3.



Rys. 33.3. Wykres temperaturowy (t-x-y) [33.1]

Deflegmacja

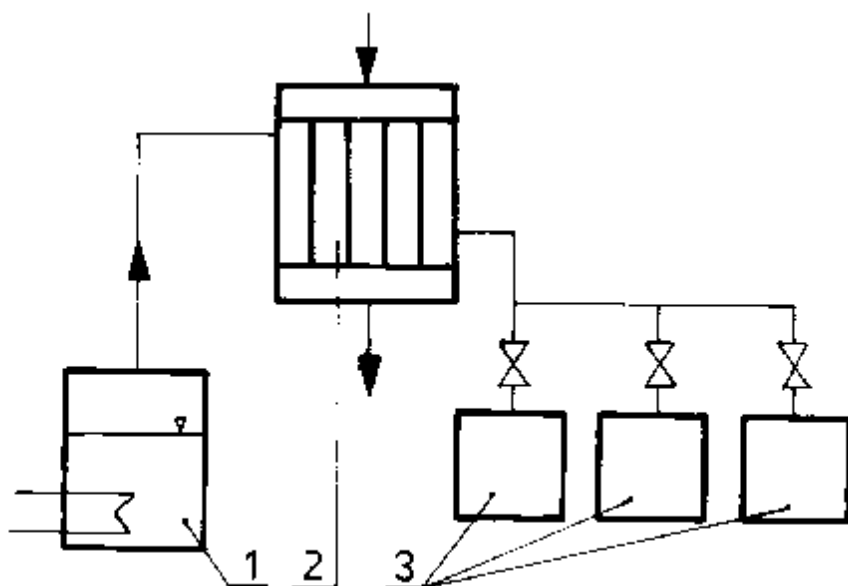
Podczas tworzenia pary z ciekłej mieszaniny dwuskładnikowej, pary wzbogacają się w składnik niżej wrzący. W przypadku częściowego skroplenia otrzymanych par zawierających dwa składniki otrzymuje się ciecz wzbogaconą w składnik mniej lotny, a pozostająca faza parowa wzbogaca się w składnik niżej wrzący (bardziej lotny). Proces częściowego skraplania, powodujący zmianę składu faz nazywa się deflegmacją - skraplanie parowej mieszaniny, któremu towarzyszy wzbogacenie pozostałej fazy parowej w składnik niżej wrzący. Otrzymana faza ciekła nazywa się flegmą.

Klasyfikacja procesów destylacji

Sposoby destylacji stosowane w przemyśle spożywczym dzieli się na następujące grupy:

- Destylacja prosta, która w zależności od sposobu prowadzenia procesu dzieli się na destylację prostą równowagową (rzutową) oraz na destylację prostą różniczkową (kotłową). Destylacja prosta może przebiegać z deflegmacją lub bez deflegmacji.
- Destylacja złożona lub wielokrotna (rektyfikacja)
 - a) okresowa,
 - b) ciągła.
- Destylacja ekspansyjna.
- Destylacja z parą wodną lub gazem obojętnym.
- Destylacja warstewkowa (błonkowa).
- Destylacja cząsteczkowa (molekularna).

Destylacja prosta różniczkowa (kotłowa) - rys. 33.4, prowadzona jest w aparaturze składającej się z ogrzewanego przeponowo kotła 1, skraplacza 2 i zbiorników destylatu 3. Jeżeli powierzchnia kotła jest dokładnie zaizolowana, to na jego wewnętrznej powierzchni para nie skrapla się. W tym przypadku przyjmuje się, że aparat pracuje bez deflegmacji. Cykl roboczy takiego pojedynczego kotła składa się z następujących operacji: napełnianie, ogrzewanie wsadu do temperatury wrzenia, destylacja, odprowadzenie pozostałości po destylacji i przygotowanie do kolejnego napełnienia.



Rys. 33.4. Schemat instalacji do destylacji prostej kotłowej (opis w tekście) [33.1]

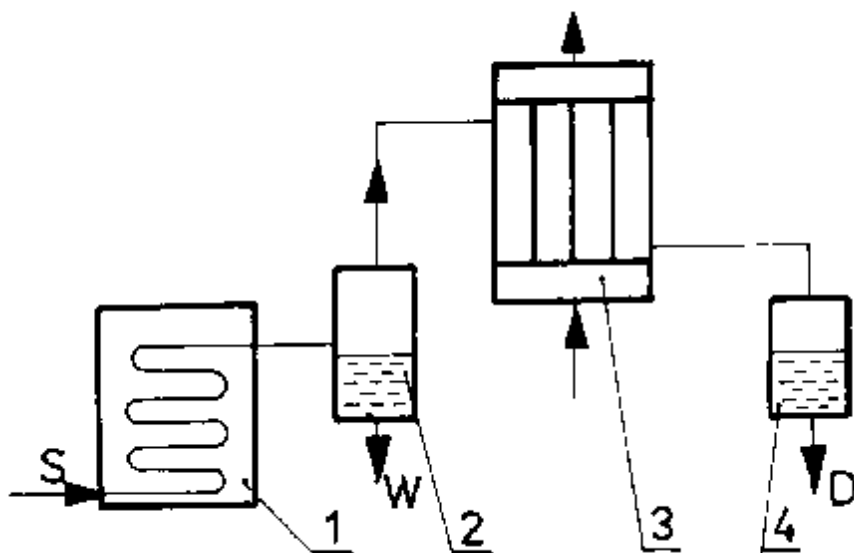
Przy pomocy prostej destylacji różniczkowej nie można otrzymać destylatu o wysokiej zawartości składnika niskowrzącego. Ponadto w miarę wzrostu ilości destylatu spada w nim procentowa zawartość składnika niżej wrzącego. Ponieważ deflegmacja zwiększa zawartość składnika niżej wrzącego w destylacie, aparaty wyposaża się w urządzenia wzmacniające ten proces zwane deflegmatorami.

Destylacja równowagowa (rzutowa)

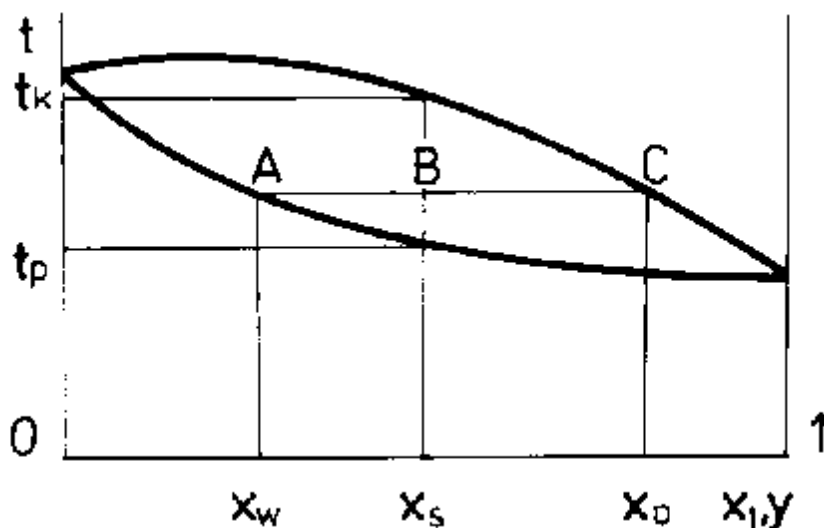
W destylacji różniczkowej powstająca para natychmiast przestaje kontaktować się z fazą ciekłą. W destylacji równowagowej faza ciekła i parowa kontaktują się ze sobą przez cały czas

trwania procesu odparowania i tylko w końcu tego procesu rozdzielają się. Proces zazwyczaj prowadzi się w sposób ciągły.

Najprostszą instalację do destylacji rzutowej przedstawiono na rys. 33.5. Surówkę podgrzewa się w wymienniku ciepła, którym często jest piec rurowy, do temperatury t_2 (rys. 33.6), leżącej pomiędzy temperaturami wrzenia początkową t_p a końcową t_k , co prowadzi do odparowania części mieszaniny.



Rys. 33.5. Schemat instalacji do destylacji prostej równowagowej: 1 - wymiennik ciepła, 2 - separator, 3 - kondensator, 4 - zbiornik destylatu, S - surówka, W - wywar, D - destylat [33.1]



Rys. 33.6. Wykres temperaturowy destylacji prostej równowagowej [33.1]

Na skutek dobrego kontaktu obu faz można je traktować jako pozostające w równowadze. Z wymiennika ciepła mieszanina cieczy i pary przepływa do separatora, w którym następuje oddzielenie fazy ciekłej od gazowej. Z dolnej części separatora odprowadza się wywar, górą zaś parę zwaną destylatem, która zostaje następnie skroplona w kondensatorze. Ilość fazy parowej

powstającej w tym procesie tak się ma do ilości fazy ciekłej jak długość odcinka BC do długości odcinka AB.

Ogólny bilans masowy destylacji równowagowej przedstawia się następująco:

$$S = W + D, \quad \text{m}^3, \quad (33.2)$$

gdzie:

S - ilość surówki, m^3 ,

W - ilość cieczy wyczerpanej, m^3 ,

D - ilość destylatu, m^3 ,

Bilans masowy składnika niżej wrzącego

$$Sx = Wx_w + Dy_D, \quad (33.3)$$

gdzie:

x - udział molowy składnika niskowrzącego w fazie ciekłej,
(w surówce),

x_w - udział molowy składnika niskowrzącego w cieczy
wyczerpanej (w wywarze),

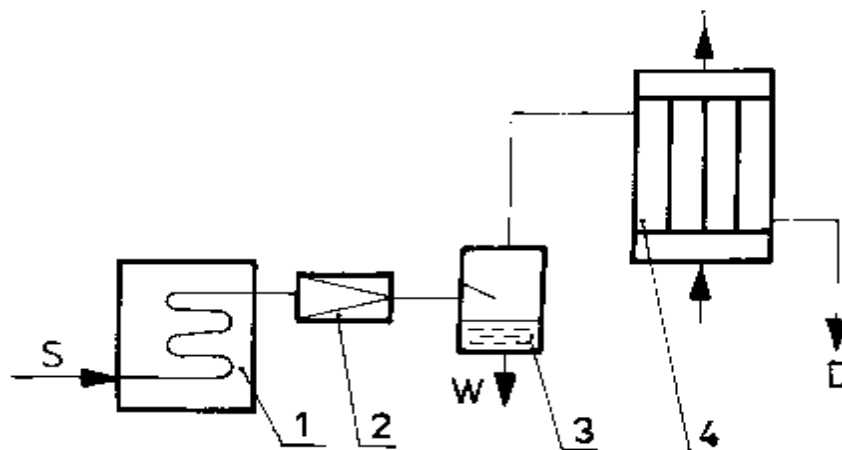
y_D - udział molowy składnika niskowrzącego w fazie
gazowej.

Z równań 33.2 i 33.3 można wyznaczyć stopień odparowania (oddestylowania) w postaci zależności:

$$Z = \frac{D}{S} = \frac{x - x_w}{y_D - x_w}, \quad (33.4)$$

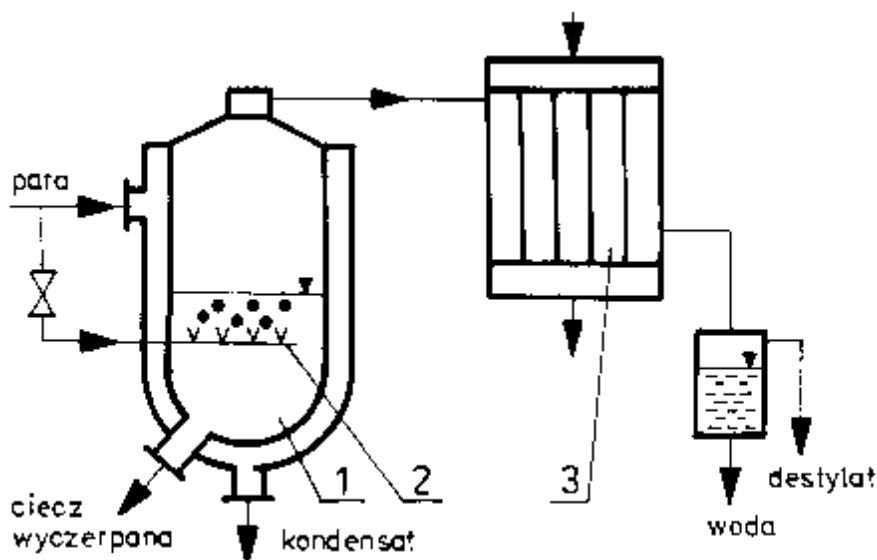
W celu zwiększenia wydajności destylacji prostej można zastosować destylację wielostopniową polegającą na szeregowym łączeniu aparatów do destylacji prostej. Do głównych wad tego sposobu destylacji zalicza się: duże zużycie energii (oddzielne podgrzewanie każdego kotła), otrzymywanie tylko jednego destylatu i szeregu wywarów.

Proces destylacji ekspansywnej polega na ogrzaniu surówki do temperatury niższej od temperatury wrzenia cieczy przy podwyższonym ciśnieniu i następnie rozprężaniu w zaworze redukcyjnym. Wskutek obniżenia ciśnienia, w separatorze następuje samorzutne odparowanie i rozdział mieszaniny na będące w stanie równowagi ciecz i parę, która ulega skropleniu w kondensatorze, tworząc destylat. Schemat instalacji przedstawiono na rys. 33.7.



Rys. 33.7. Schemat instalacji do destylacji ekspansywnej: 1 - wymiennik ciepła, 2 - zawór redukcyjny, 3 - separator, 4 - kondensator, S - surówka, W - wyrwar, D – destylat [33.1]

Destylację z parą wodną stosuje się do oddzielania substancji o wysokich temperaturach wrzenia, lotnych z parą wodną, od pozostałości nielotnych. Doprowadzenie pary wodnej do surówki umożliwia przeprowadzenie procesu destylacji w temperaturze niższej od temperatury wrzenia mieszaniny. Ciecz destylowana powinna posiadać możliwie niską rozpuszczalność w wodzie, co umożliwia łatwe jej oddzielenie od wody. Schemat instalacji przedstawiono na rys. 33.8.



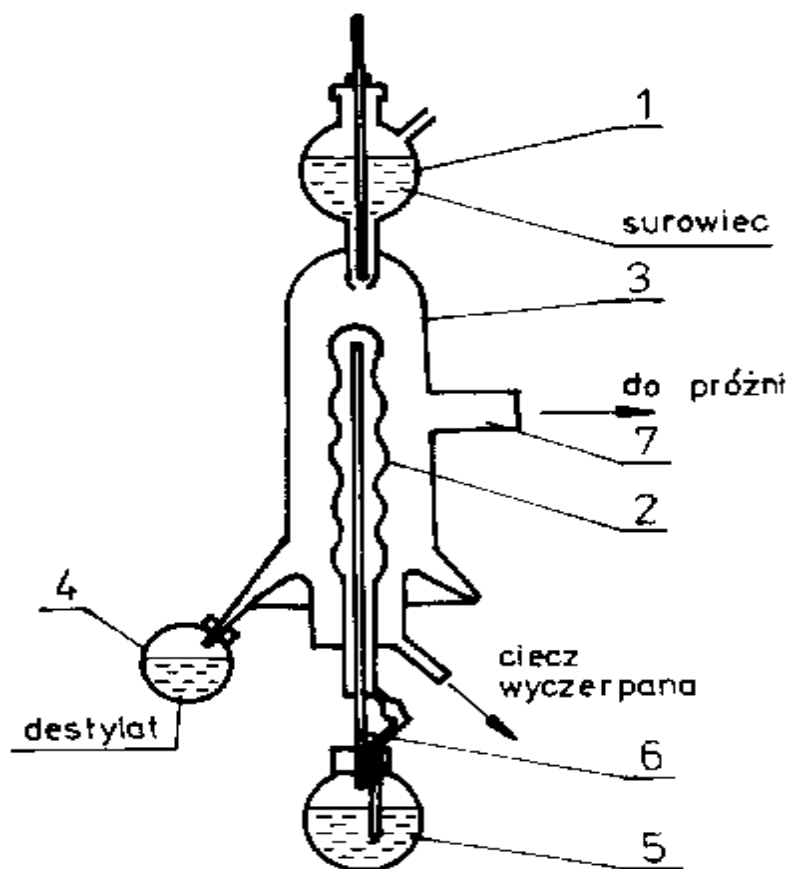
Rys. 33.8. Schemat instalacji do destylacji z parą wodną: 1 - kocioł destylacyjny, 2 - bełkotka, 3 – kondensator [33.1]

W wyniku doprowadzenia do kotła destylacyjnego 1 z surówką (rys. 33.8) za pomocą bełkotki pary wodnej następuje stopniowe odparowanie cieczy do wnętrza pęcherzyków barbotujących przez warstwę cieczy. Proces przebiega aż do osiągnięcia przez ciecz destylowaną prężności pary nasyconej w temperaturze panującej w pęcherzyku pary. Temperatura destylacji z parą wodną jest zawsze niższa od temperatury wrzenia mieszaniny bez pary wodnej.

Odparowanie cieczy następuje kosztem ciepła kondensacji doprowadzonej pary lub też kosztem ciepła dostarczonego z zewnątrz przez dodatkowe ogrzewanie kotła. Podobny efekt obniżenia temperatury procesu można uzyskać zastępując parę wodną gazem obojętnym.

Proces destylacji różniczkowej ciągłej (warstewkowej) polega na częściowym odparowaniu cieczy spływającej grawitacyjnie po pionowej ogrzewanej ścianie. W praktyce ciecz może spływać po ścianie grawitacyjnie lub może być rozprowadzona mechanicznie po podgrzewanej powierzchni za pomocą specjalnych wirników (aparaty Luwa lub Sambay), bądź dzięki sile odśrodkowej w specjalnych wirówkach. Zaletą tego procesu jest wyjątkowo krótki czas przebywania cieczy w strefie podwyższonej temperatury. Wynosi on zazwyczaj kilkanaście sekund, a dla przykładu w przypadku destylacji kotłowej, kilka godzin.

Destylacja cząsteczkowa (molekularna) przebiega pod bardzo znacznie obniżonymi ciśnieniami rzędu $10^{-1} \div 10^{-4}$ Pa. Stosuje się ją dla substancji o wysokiej temperaturze wrzenia, mogącej spowodować rozkład cząsteczek. Obniżenie ciśnienia powoduje znaczne obniżenie temperatury wrzenia. Ze względu na wysoką próżnię, faza gazowa jest bardzo rozrzedzona i cząstki poruszają się po stosunkowo długich drogach bez zderzenia z innymi. Umieszczając powierzchnię chłodzoną



Rys. 33.9. Schemat instalacji do destylacji cząsteczkowej (opis w teście) [33.1]

w odległości równej średniej drodze swobodnej lżejszych cząsteczek od powierzchni odparowania, można uzyskać destylat zawierający głównie te cząstki. Cięższe cząstki pozostaną natomiast w fazie gazowej oraz w cieczy. Schemat instalacji do destylacji cząsteczkowej przedstawiono na rys. 33.9.

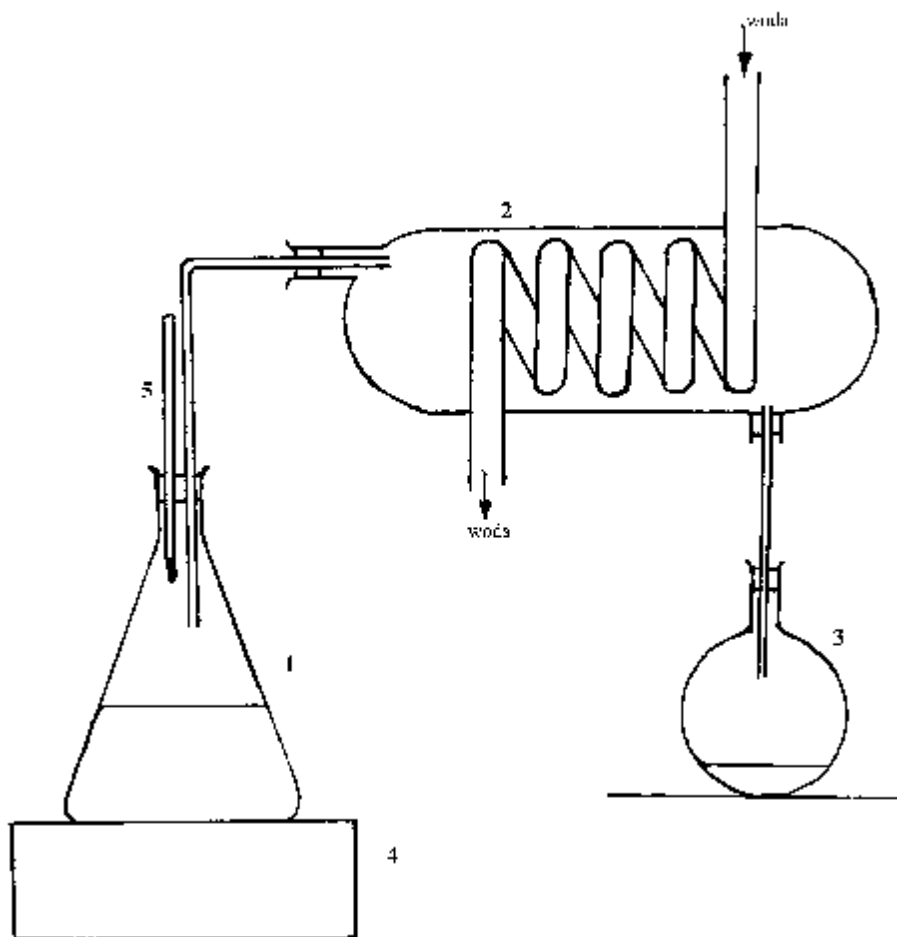
Ciecz ze zbiornika 1 spływa cienką warstwą po powierzchni grzejnej 2, na której zachodzi odparowanie cząsteczek. Na powierzchni chłodzonej 3 następuje kondensacja cząsteczek, a powstająca ciecz spływa do zbiornika 4. Ogrzewany zbiornik 5 zawiera czynnik grzejny, który przewodem 6 dopływa do powierzchni grzejnej, po czym spływa z powrotem do zbiornika 5. Przewód 7 przeznaczony jest do podłączenia aparatu z pompą próżniową.

3. Schemat i opis stanowiska laboratoryjnego

Na rys 33.10 schematycznie przedstawiono układ stanowiska laboratoryjnego. Stanowisko to składa się z następujących elementów;

- Naczynie na surówkę do destylacji zamknięte korkiem z termometrem i króćcem szklanym.
- Szklana chłodnica spiralna.
- Naczynie na destylat.
- Układ podgrzewania.
- Statyw mocujący elementy (naczynia).

Naczynie z surówką umieszcza się na urządzeniu podgrzewającym i następnie elastycznymi przewodami łączy się poszczególne elementy stanowiska ze sobą. Chłodnicę dodatkowo podłącza się poprzez zawór odcinający z zasilaniem w wodę. Podczas montażu instalacji bardzo ważne jest zachowanie szczelności poszczególnych połączeń.



Rys. 33.10. Schemat stanowiska laboratoryjnego: 1 – naczynie na surówkę, 2 – chłodnica spiralna, 3 – naczynie na destylat, 4 – urządzenie podgrzewające,

4. Przebieg ćwiczenia

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z budową i zasadą działania destylarki oraz z treścią ćwiczenia.

W celu realizacji ćwiczenia należy przygotować surówkę do destylacji w ilości 1 kg jako mieszaninę wody i denaturatu w proporcji 1:2 (1 część denaturatu i 2 części wody). Następnie przygotowaną surówkę należy umieścić w naczyniu 1 i uszczelnić korkiem z termometrem i szklanym króćcem (rurkę). Napelnione naczynie 1 należy następnie umieścić na urządzeniu podgrzewającym i podłączyć do układu destylacji (elastycznymi rurkami). Po sprawdzeniu poprawności połączeń należy włączyć podgrzewanie surówki.

Po doprowadzeniu do wrzenia surówki należy zanotować temperaturę T wrzenia i tak regulować dopływ ciepła, aby ustabilizować temperaturę destylacji T (leżącą między t_k i t_p – patrz wykres 33.6). **W żadnym wypadku nie należy nawet zbliżyć się do temperatury wrzenia wody !**

Dla zbadania wpływu deflagmentacji destylację należy przeprowadzić destylację:

- z deflagmentacją – należy włączyć przepływ wody przez chłodnicę (komdensator),
- bez deflagmentacji – należy destylację przeprowadzić z wyłączonym przepływem wody przez chłodnicę (odcinając zaworem jej przepływ).

Po zakończeniu destylacji (sygnalizowanej szybkim wzrostem temperatury cieczy destylowanej) należy wyłączyć podgrzewanie. W obu przypadkach realizacji ćwiczenia należy porównać ilości surówki zadawanej S_0 z ilością surówki S_d wyznaczonej doświadczalnie jako wartość: $S_d = D + W$. Po zakończeniu każdego procesu należy zważyć ilości destylatu – D oraz ilości cieczy wyczerpanej – W .

5. Analiza wyników pomiarów i wnioski

Otrzymane wyniki pomiarów zapisuje się w tabeli 33.1. W oparciu o otrzymane wyniki należy wykonać wykresy zależności współczynnika oddestylowania Z od zadanych parametrów. Wyznaczone wielkości należy wszechstronnie przedyskutować.

Tabela 33.1. Wzór tabeli pomiarowej

lp.	S_0 kg	T K	Z deflegmacją				Bez deflegmacji			
			S_d (kg)	D (kg)	W (kg)	Z	S_d (kg)	D (kg)	W (kg)	Z

6. Literatura

[33.1] Praca zbiorowa pod redakcją H. Popko: Maszyny przemysłu spożywczego – ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo politechniki lubelskiej. Lublin 1996