

УДК 66. 048. 3. 069. 835

## Исследование массообмена между паром и жидкостью при ректификации

© М.А. Савина, Е.В. Янчуковская

*Иркутский национальный исследовательский технический университет,  
г. Иркутск, Российская Федерация*

**Аннотация.** Актуальность данной работы обусловлена необходимостью получения критериальной зависимости для расчета коэффициента скорости массообмена в паровой фазе на провальных тарелках ректификационных колонн. С этой целью проведены исследования массообмена между паром и жидкостью при ректификации бинарных смесей. Представлены описание полупромышленной установки для разделения смеси метанол-изопропанол в режиме полного орошения и методика проведения эксперимента. Составлена математическая модель процесса. Определена удельная объемная поверхность контакта фаз, установлена ее зависимость от запаса жидкости на тарелке. Увеличение удельной объемной поверхности с ростом запаса жидкости объясняется лучшим дроблением пара и образованием более мелких пузырьков. Рассчитаны коэффициенты скорости массопередачи. Найдено, что их величины не остаются постоянными по высоте парожидкостного слоя, а постепенно уменьшаются. Отмечена аналогия процессов обмена массового барботажа и одиночного истечения пара. Показаны зависимости проводимости от запаса жидкости на тарелке и от размера пузырька пара. В качестве характерного линейного размера в критериях использован средний поверхностно-объемный диаметр пузырьков пара. Полученная критериальная зависимость хорошо обобщает результаты эксперимента других бинарных систем.

**Ключевые слова:** ректификация, колонна, провальные тарелки, удельная объемная поверхность, запас жидкости, диаметр пузырька, коэффициент полезного действия по Мэрфри, коэффициент скорости массообмена, критериальная зависимость

## Study of Mass Exchange between Steam and Liquid in Rectification

© Maria A. Savina, Elena V. Yanchukovskaya

*Irkutsk National Research Technical University,  
Irkutsk, Russian Federation*

**Abstract.** The relevance of this work is due to the need to obtain a criterion dependence for calculating the coefficient of mass transfer rate in the vapor phase on failure plates of distillation columns. For this purpose, mass transfer between vapor and liquid was studied during the rectification of binary mixtures. The article presents a description of a semi-industrial installation for the separation of a methanol-isopropanol mixture in full irrigation mode and the experimental procedure. A mathematical model of the process has been drawn up. The specific volume surface of the contact phases has been defined; its dependence on the liquid supply on the plate has been established. The increase in the specific volume surface with the increase in fluid supply is due to better steam fragmentation and the formation of smaller bubbles. The mass transfer rate coefficients are calculated. It was found that their values do not remain constant along the height of the vapor-liquid layer, but gradually decrease. An analogy of the processes of exchange of mass bubbling and single outflow of steam is noted. The dependences of the conductivity on the liquid supply on the plate and on the size of the vapor bubble are shown. As a characteristic linear size in the criteria, the average surface-volume diameter of the vapor bubbles was used. The obtained criteria dependence well generalizes the experimental results of other binary systems.

**Keywords:** rectification, column, failure plates, specific volumetric surface, liquid supply, bubble diameter, Murphy coefficient of efficiency, mass transfer rate coefficient, criteria dependence

Исследование массообмена между паром и жидкостью при ректификации бинарных смесей проводили на полупромышленной установке из нержавеющей стали, состоящей из куба-испарителя емкостью 180 л, колонны, собранной из 12 царг диаметром 200 мм, конденсатора и вспомогательного оборудования [1].

В качестве контактных устройств использовали 12 провальных тарелок с отверстиями диаметром 4 мм и сечением 20 %.

Одна из царг имела смотровые стекла, позволяющие осуществлять просвечивание парожидкостного слоя поляризованным светом и измерять величину

межфазной поверхности. Куб-испаритель, металлические царги, конденсатор и трубопроводы тщательно теплоизолировали асбестовым шнуром и пенопластом.

Внутри куба-испарителя располагались 3 трубчатых электронагревателя по 7 кВт и 10 электронагревателей по 2,5 кВт, которые имели индивидуальное включение.

Для контроля за температурой в кубе-испарителе и на контактных тарелках было установлено 12 платиновых термопар, которые работали в комплекте с потенциометром ЭПП-09. Непрерывная запись температур в разных сечениях колонны позволяла надежно определять момент выхода установки на режим.

Производили отбор проб пара и жидкости, измерение межфазной поверхности и снятие других параметров процесса. Трубки для отбора проб паровой фазы располагались по центру колонны, имели на конце защитные колпачки, изготовленные из фторопласта и исключающие попадание в них жидкости.

Отбираемый пар полностью конденсировался в индивидуальных теплообменниках типа «труба в трубе», охлаждаемых водой. Пробы жидкой фазы отводили с центра тарелки через медную трубочку, имеющую гидравлический затвор, предотвращающий попадание пара в пробу жидкости.

Полное гидравлическое сопротивление каждой тарелки измеряли микроманометром ММН с наклонной трубкой. Несмотря на наличие демпфирующего устройства, колебания жидкости в измерительной трубке были довольно большие. Поэтому снимали не менее пяти отсчетов с последующим усреднением.

Измерение поверхности контакта пара и жидкости осуществляли с помощью прибора, который легко перемещался вдоль колонны на специальном подъемном столике. Это позволяло производить замеры по высоте пенного слоя. Основными частями прибора были осветительное и приемное устройства.

Осветительное устройство состояло из металлического корпуса, снабженного двумя конденсаторами и поляризатором с красно-желтым светофильтром, который закреплялся неподвижно. Хорошие теплоизоляционные свойства пенопласта, а также охлаждение корпуса осветительного устройства и конденсаторов сжатым воз-

духом гарантировали сохранность поляризационной пленки, которая при температуре выше 40 °С могла оплавиться.

Источником светового потока являлась лампа накаливания мощностью 300 Вт.

Приемное устройство располагалось строго по центру осветительного устройства. Центральные оси колонны и осветительного устройства пересекались под углом 90° и находились в одной плоскости.

В корпусе приемного устройства неподвижно закреплялись фотоэлемент типа ФЭСС-УЗ и диафрагма, между которыми устанавливалась обойма с поляризатором, имеющая возможность поворачиваться на 90° вокруг своей оси при движении штифта по окружности.

Диафрагма представляла собой съемный резиновый диск с прямоугольным центральным отверстием, ширина которого соответствовала шагу измерения интенсивности светового потока по высоте пенного слоя.

Чтобы рассеянный окружающий свет не попадал в приемное устройство и не искажал результаты, царга колонны закрывалась рукавом, изготовленным из светонепроницаемой ткани.

Принцип работы прибора следующий: электрический ток через стабилизатор напряжения и лабораторный автотрансформатор подается на лампу накаливания осветительного устройства, рассеянный свет от которой собирается конденсаторами в параллельный пучок, поляризуется, проходит через пенный слой, частично деполяризуется и превращается в фотоэлементе в слабый ток.

Постоянный ток после фотоэлемента направляется на усилитель постоянного тока и далее на измерительную часть электронного потенциометра. Изменение силы тока записывается на плоскую диаграммную ленту с одинаковыми промежутками во времени, что обеспечивается наличием реле времени в линии питания электродвигателя лентопотяжного механизма потенциометра.

Для сглаживания пульсаций тока, возникающих из-за непрерывного изменения структуры пенного слоя во времени, прибор имеет магазин емкостей, представляющий собой набор электрических конденсаторов общей емкостью 0,02 Ф.

На установке исследовали разделение смеси метанол – изопропанол в режиме полного орошения.

Используя тот факт, что скорость пара в колонне связана прямой пропорциональной зависимостью с тепловой нагрузкой конденсатора, располагая сведениями о составе паров и считая их конденсацию полной, на основе теплового баланса конденсатора определяли скорость пара в колонне.

Пробы конденсата и жидкости отбирали в тщательно вымытые и высушенные бутылочки с плотно закрывающимися пробками и анализировали на рефрактометре с предварительным построением калибровочных кривых концентрация – коэффициент преломления.

Выбранный метод исследования позволяет определить поверхность контакта фаз только косвенным путем, то есть измеряется не поверхность, а мера деполяризации светового потока, поэтому предварительно проводилась калибровка прибора.

Обработанная методом наименьших квадратов калибровочная зависимость для удельной объемной поверхности представлена уравнением

$$\alpha = K \cdot \left(\frac{I_2}{I_1}\right)^{-0,52} \cdot \left(\frac{n_2}{n_1}\right)^{-3,6}, \quad (1)$$

где  $I_1, I_2$  – сила света, соответствующая плоскости первоначальной поляризации и перпендикулярная к ней;  $n_1, n_2$  – коэффициенты преломления сплошной и дисперсной фаз;  $K$  – коэффициент пропорциональности, зависящий от диаметра колонны; для  $D_k = 200$  мм  $K = 2340$ .

Массу легколетучего компонента, переходящего из жидкости в пар, находили из уравнения

$$N_{нк} = G \cdot (y_k - y_n), \quad (2)$$

где  $N_{нк}$  – количество низкокипящего компонента, переходящего из фазы в фазу, кмоль нк/сек;  $G$  – расход пара, кмоль/сек;  $y_k, y_n$  – конечная и начальная концентрации компонента, мольные доли.

Скорость пара в свободном сечении испытательной секции колонны определяли исходя из тепловой нагрузки конденсатора  $Q_k$  и допущения, что потери тепла в окружающую среду равны нулю, а давление в колонне равно барометрическому  $P_6$

$$W_{п} = \frac{22,4 \cdot 760 \cdot Q_k \cdot (T_{кип} + 273)}{3600 \cdot 273 \cdot r \cdot P_6 \cdot F_T}, \quad (3)$$

где  $W_{п}$  – скорость пара в не, м/сек;  $F_T$  – площадь тарелки, м<sup>2</sup>;  $r$  – скрытая теплота испарения, кДж/кмоль.

Запас жидкости на тарелке рассчитывали по известному соотношению

$$h_0 = \frac{\Delta P_0 - \Delta P_{сух} - \Delta P_6}{\rho_{ж} \cdot g}, \quad (4)$$

где  $\rho_{ж}$  – плотность жидкости, кг/м<sup>3</sup>;  $g$  – ускорение свободного падения, м/сек<sup>2</sup>. Причем полное гидравлическое сопротивление тарелки  $\Delta P_0$  находили опытным путем, а сопротивление сухой тарелки  $\Delta P_{сух}$  и сопротивление, вызываемое силами поверхностного натяжения  $\Delta P_6$ , определяли соответственно по уравнениям [2]

$$\Delta P_{сух} = 1,8 \frac{W_0^2 \cdot \rho_{п}}{2}, \quad (5)$$

где  $W_0$  – скорость пара в отверстиях тарелки, м/сек;  $\rho_{п}$  – плотность пара, кг/м<sup>3</sup>.

$$\Delta P_6 = \frac{4 \cdot \delta}{1,3 \cdot d_0 + 0,08 \cdot d_0^2}, \quad (6)$$

где  $\delta$  – поверхностное натяжение жидкости, н/м;  $d_0$  – диаметр отверстия в тарелке, м.

Высоту парожидкостного слоя измеряли прибором. По мере перемещения прибора вверх от тарелки мера деполяризации светового потока меняется плавно и монотонно до тех пор, пока световой луч не выйдет на поверхность пенного слоя. В момент выхода происходит резкое изменение в характере зависимости меры деполяризации потока от высоты слоя.

Газосодержание пенного слоя рассчитывали по уравнению

$$\varphi_r = \frac{H_{п} - h_0}{H_{п}}, \quad (7)$$

где  $H_{п}$  – высота пенного слоя, м.

Среднюю удельную объемную поверхность контакта фаз определяли путем интегрирования кривой распределения поверхности контакта фаз по высоте пенного слоя.

При расчете движущих сил процесса учитывалась неполнота перемешивания жидкости на тарелке с помощью однопараметрической диффузионной модели [3].

В качестве движущей силы процесса массообмена использовали безразмерную движущую силу

$$B_y = \frac{(y_G - y_S)_{cp}}{y_S - y_T}, \quad (8)$$

где  $y_G$  – концентрация в ядре паровой фазы;  $y_S$  – концентрация на границе ла;  $y_T$  – концентрация переносимого вещества.

Анализ процессов при одиночном барботаже позволяет допустить, что все сопротивление массообмену сосредоточено в паровой фазе [4].

Состав переносимого вещества рассчитывали исходя из адиабатичности процессов взаимодействия пара и жидкости на контактных тарелках.

$$y_T = \frac{1}{1 - r_{нк}/r_{БК}} \quad (9)$$

Для смеси метанол – изопропанол он был равен  $y_T = 6,55$ .

Коэффициенты скорости процессов массообмена, представленные проводимостями  $g_y$ , находили как [5].

$$g_y = \frac{N_{нк}}{\alpha \cdot H_{п} \cdot F_T \cdot B_y} \quad (10)$$

Коэффициенты  $g_y^*$ , которые имели бы место при бесконечно малой движущей силе, оценивались путем аппроксимации потока течением Куэтта.

$$g_y^* = \frac{g_y \cdot B_y}{\ln(1 + B_y)} \quad (11)$$

Также были рассчитаны коэффициенты массоотдачи в паровой фазе и коэффициенты полезного действия по Мэрффри [6].

$$\beta_y = \frac{N_{нк}}{\alpha \cdot H_{п} \cdot F_T \cdot (y_G - y_S)_{cp}} \quad (12)$$

Структура парожидкостной системы, образующейся на провальных тарелках, определяется высотой слоя жидкости, скоростью пара и физическими свойствами жидкости.

Конструктивные параметры тарелки, такие как диаметр отверстия, доля свободного сечения, толщина тарелки, проявляют свое влияние на величину межфазной поверхности через изменение запаса жидкости. На рис. 1 представлена зависимость величины средней удельной объемной поверхности от запаса жидкости на тарелке при постоянной скорости пара  $Wn = 0,43$  м/сек.

Увеличение удельной объемной поверхности с ростом  $h_o$  объясняется тем, что с ростом высоты слоя жидкости на тарелке происходит лучшее дробление пара и образование более мелких пузырьков. Опытные данные по удельной объемной поверхности контакта для исследованной системы хорошо описываются ранее полученным уравнением

$$a = 340 \frac{W_{п}^{0,15} h_o^{0,75} \rho_{ж}^{0,35} \mu_{ж}^{0,25} g^{0,4}}{\sigma^{0,6}}, \quad (13)$$

а средний поверхностно-объемный диаметр пузырьков пара может быть рассчитан с точностью  $\pm 20\%$  по уравнению

$$d_n = 0,0113 \frac{W_{п}^{0,05} \sigma^{0,6}}{h_o^{0,25} \rho_{ж}^{0,35} \mu_{ж}^{0,25} g^{0,5}}. \quad (14)$$

Коэффициент полезного действия по Мэрффри (КПД) рассчитывали по уравнению

$$E_M = \frac{y_K - y_H}{y^* - y_H}, \quad (15)$$

где  $y^*$  – концентрация пара, равновесная жидкости, покидающей тарелку.

На рис. 2 представлена зависимость  $E_M$  от запаса жидкости для серии опытов с близкими скоростями пара в колонне.

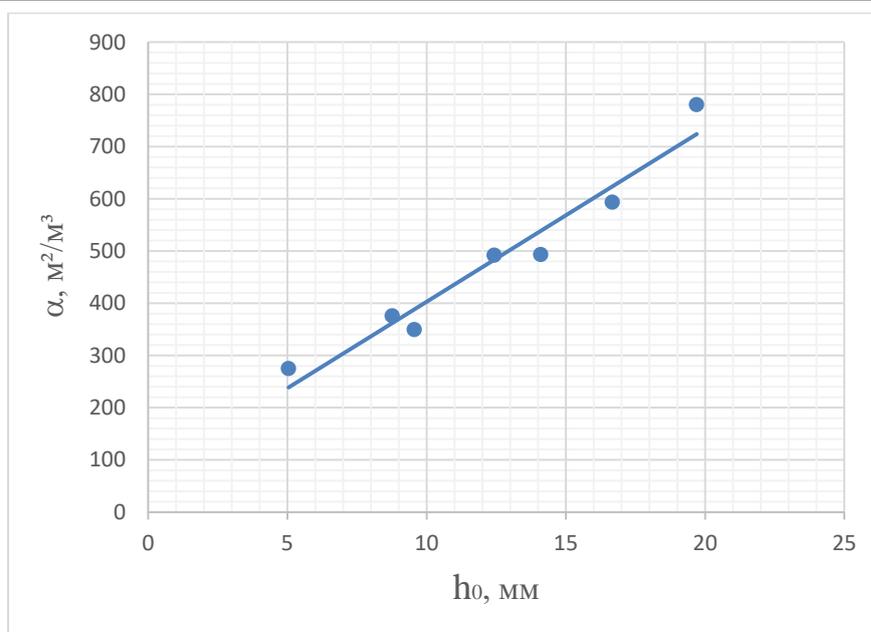


Рис. 1. Зависимость удельной объемной поверхности от запаса жидкости на тарелке

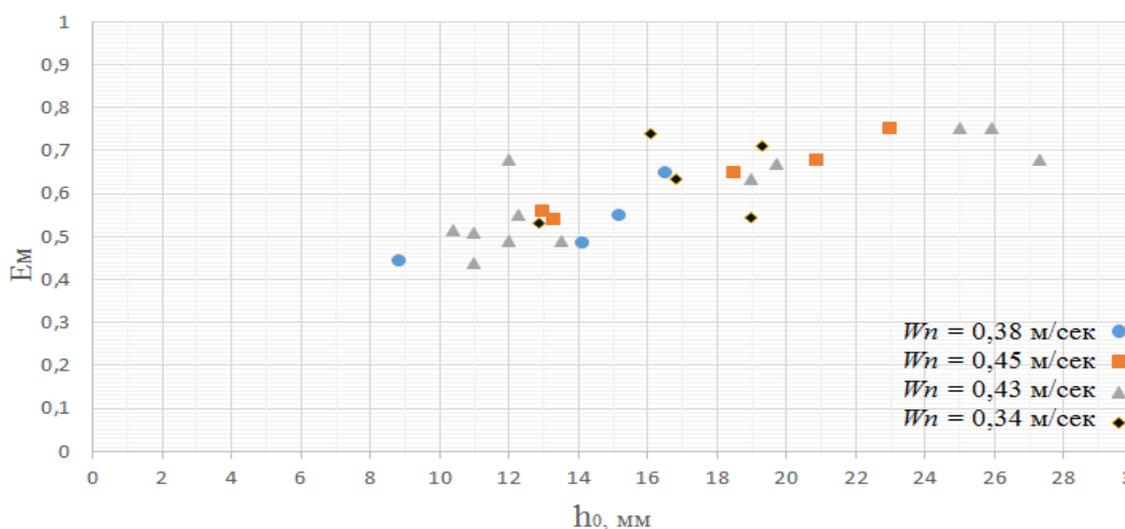


Рис. 2. Зависимость КПД Мэрфри от запаса жидкости на тарелке

Видно, что увеличение запаса жидкости на тарелке приводит к росту КПД, что хорошо согласуется с данными, имеющимися в литературе.

Воспользовавшись приближенным соотношением, связывающим КПД Мэрфри с коэффициентами массопередачи, построили график зависимости  $-\lg(1 - E_M)$  от  $h_0$  (рис. 3), из которого видно, что корреляционная прямая не прихо-

дит в начало координат, а отсекает на оси ординат некоторый отрезок.

Это свидетельствует о том, что коэффициенты массопередачи не остаются постоянными по высоте парожидкостного слоя, а постепенно уменьшаются. К такому же выводу приходят, анализируя процессы тепло- и массообмена между паром и жидкостью при одиночном истечении [7]. Выводы частично объясняются положениями теории пограничного слоя.

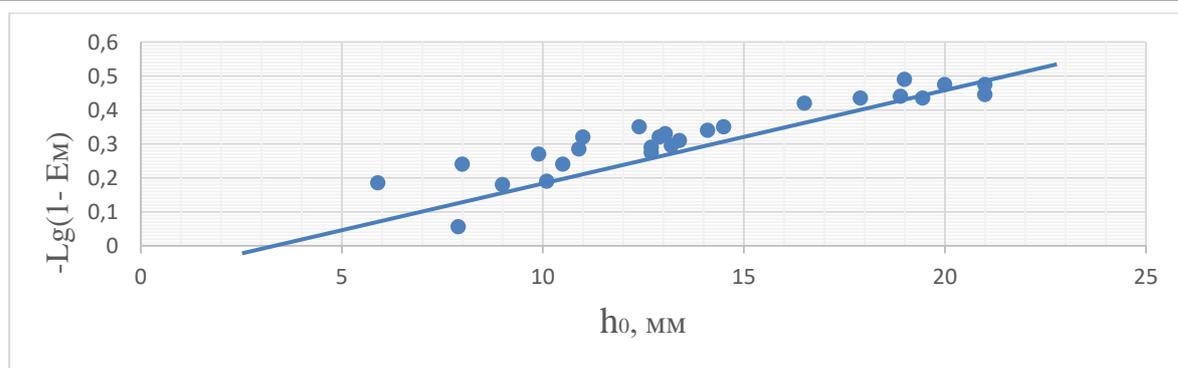


Рис. 3. Оценка зависимости коэффициентов массопередачи от запаса жидкости на тарелке

Закономерности массового барботажа более сложны по сравнению с одиночным истечением пара. Тем не менее и в этом случае наблюдается некоторая аналогия. В частности, вблизи тарелки имеется слой жидкости, пронизываемый отдельными струями пара. Процессы обмена, протекающие в этой зоне, вероятно, мало отличаются от процессов, наблюдаемых при одиночном истечении пара в виде струй.

Сведения о величинах поверхности контакта позволили рассчитать коэффициенты скорости массообмена по уравнениям (10, 11, 12) [8]. В таблице представлены их значения для ряда опытов.

Из таблицы следует, что при ректификации смеси метанол – изопропанол коэффициенты массопередачи не слишком сильно отличаются от проводимостей. Тем не менее для обобщения результатов предпочтительнее использовать  $g_y$ .

Также видно, что опытные движущие силы процесса массообмена были невелики и практически не искажали величину  $g_y^*$ , в связи с чем для обобщения можно использовать  $g_y$ . На рис. 4 и 5 показаны зависимости проводимости от запаса жидкости на тарелке и от диаметра пузырьков пара.

**Измеренные и рассчитанные параметры, характеризующие процесс массообмена на провальных тарелках**

№ п/п	$W/n$ , м/сек	$h_0$ , м	$a$ , м <sup>2</sup> /м <sup>3</sup>	$d_n$ , м	Коэффициенты, м/с			
					$\beta_y$	$g_y$	$g_y^*$	$E_m$
1	0,38	0,017	572	0,0066	0,012	0,01060	0,01080	0,66
2	0,38	0,0056	236	0,0179	0,0202	0,01730	0,01750	0,35
3	0,45	0,031	952	0,0039	0,0074	0,00655	0,00664	0,76
4	0,45	0,0134	470	0,0086	0,0164	0,01405	0,01416	0,52
5	0,45	0,0106	380	0,0108	0,0192	0,01632	0,01640	0,43

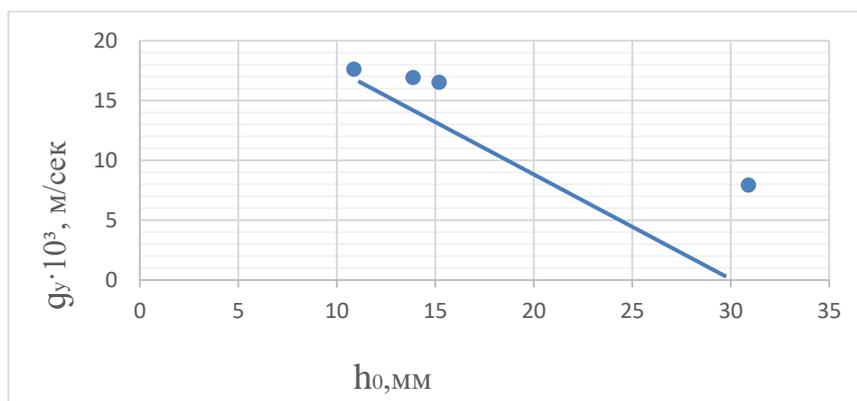


Рис. 4. Зависимость проводимости от запаса жидкости на тарелке

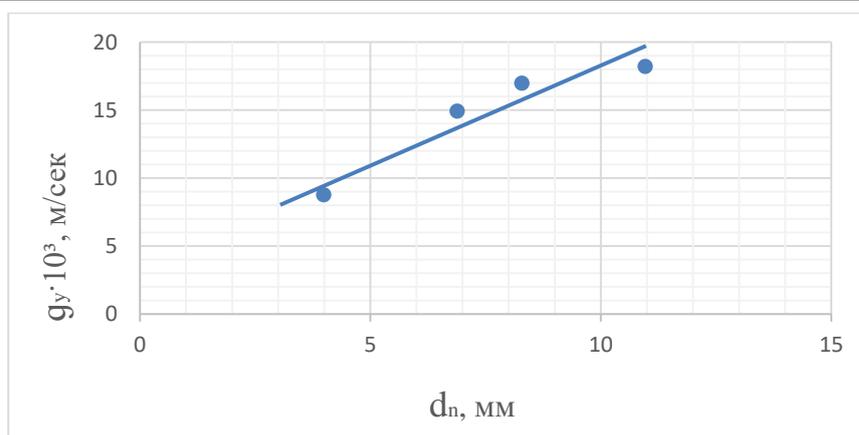


Рис. 5. Зависимость проводимости от размера пузырька пара

В том и в другом случае наблюдается ясно выраженная зависимость коэффициентов скорости процесса  $g_y$  от геометрических размеров. Причём нельзя говорить о влиянии на величину  $g_y$  каждого из них в отдельности, так как между  $h_0$  и

$d_n$  имеется взаимная корреляция. Вследствие этого в обобщенную зависимость для  $g_y$  был введен симплекс  $d_n/h_0$ , который в значительной мере характеризует структуру парожидкостного слоя.

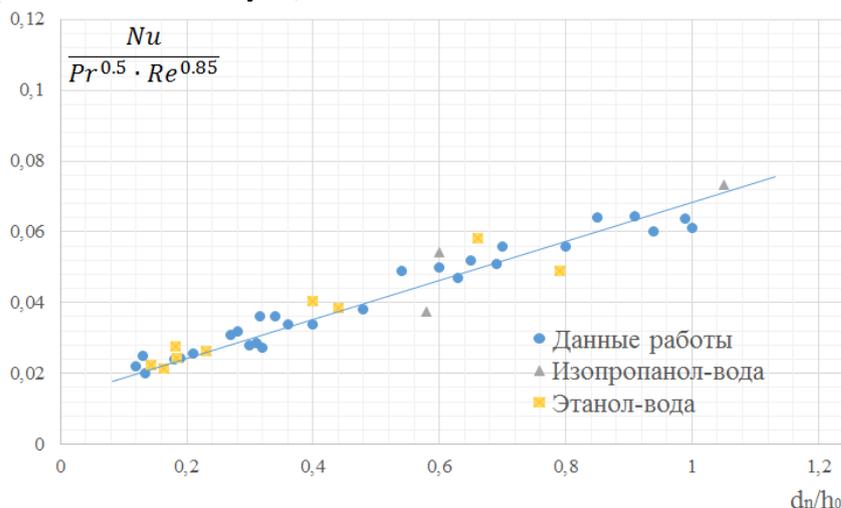


Рис. 6. Корреляция для коэффициента скорости массообмена в паровой фазе

В качестве характерного линейного размера в критериях  $Nu$  и  $Re$  использован средний поверхностно-объемный диаметр пузырьков пара. Основываясь на литературных данных, показатель степени при критерии  $Pr_D$  приняли равным 0,5. Показатели степени при критерии  $Re$  и симплексе  $d_n/h_0$  были найдены методом множественной корреляции (рис. 6).

$$Nu = 0,069 Re^{0,85} Pr_D^{0,5} \left(\frac{d_n}{h}\right) \quad (16)$$

Полученная зависимость описывает опытные данные со средним отклонением 12%. Она достаточно хорошо обобщает и результаты предыдущих исследований [9, 10].

#### Библиографический список

1. Ульянов Б.А., Янчуковская Е.В., Родионов А.И., Щелкунов Б.И., Фереферов М.Ю. Массообмен между паром и жидкостью при ректификации бинарных смесей // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1975. С. 19–32.

2. Щелкунов Б.И., Фереферов М.Ю. Гидравлическое сопротивление тарелок провального типа // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1980. С. 72–77.

3. Шишкин З.А. Исследование неравномерности распределения газовой фазы в

барботажной колонке // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1989. С. 32–38.

4. Ульянов Б.А., Янчуковская Е.В., Родионов А.И. Исследование одиночного истечения пара бинарного состава в слое недогретой жидкости // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1975. С. 3–18.

5. Ульянов Б.А. Выражение скорости переноса вещества между паром и жидкостью в процессах барботажа // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1976. С. 28–36.

6. Ульянов Б.А., Родионов А.И., Янчуковская Е.В. Коэффициенты полезного действия по Мэрффри при одиночном истечении пара в слой жидкости // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1975. С. 69–71.

7. Ульянов Б.А., Родионов А.И., Янчуковская Е.В. Структура двухфазных слоев и величина межфазной поверхности на контакт-

ных тарелках ректификационных и абсорбционных колонн // Теоретические основы химических технологий. 1982. Т. 16. № 4. С. 491–498.

8. Щелкунов Б.И., Ферреферов М.Ю., Асламов А.А., Ульянов Б.А. Уравнение массоотдачи в паровой фазе на тарелках ректификационных колонн // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1996. С. 95–98.

9. Ульянов Б.А., Щелкунов Б.И., Янчуковская Е.В. Сравнительный анализ зависимостей для расчета поверхности контакта фаз на тарелках массообменных колонн // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1977. С. 50–60.

10. Ульянов Б.А., Янчуковская Е.В., Шерстова Л.Н., Петушинский Л.Н. Эффективность тарельчатых массообменных аппаратов и поверхность контакта фаз // Гидродинамика и явления переноса в двухфазных дисперсных системах: сб. статей. Иркутск, 1980. С. 43–47.

#### Сведения об авторах / Information about the Authors

**Савина Мария Андреевна**,  
студентка группы ХТОБп-16-2,  
Иркутский национальный исследовательский  
технический университет,  
664074, г. Иркутск, ул. Лермонтова, 83,  
Российская Федерация,  
e-mail: masha060991@mail.ru

**Maria A. Savina**,  
Student,  
Irkutsk National Research Technical University,  
83 Lermontov Str., Irkutsk, 664074,  
Russian Federation,  
e-mail: masha060991@mail.ru

**Янчуковская Елена Владимировна**,  
кандидат технических наук,  
доцент кафедры химической технологии,  
Иркутский национальный исследовательский  
технический университет,  
664074, г. Иркутск, ул. Лермонтова, 83,  
Российская Федерация,  
e-mail: lenyan@istu.edu

**Elena V. Yanchukovskaya**,  
Cand. Sci. (Technics),  
Associate Professor, Department of Chemical  
Technology,  
Irkutsk National Research Technical University,  
83 Lermontov Str., Irkutsk, 664074,  
Russian Federation,  
e-mail: lenyan@istu.edu