

1. MỤC ĐÍCH

Khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng dòng hoàn lưu và vị trí mâm nhập liệu đến độ tinh khiết của sản phẩm và hiệu suất của tháp chưng cất.

2. CƠ SỞ LÝ THUYẾT

Mô hình mâm lý thuyết là mô hình toán đơn giản dựa trên các cơ sở sau:

- 1) Cân bằng giữa pha lỏng - hơi cho hỗn hợp hai cấu tử.
- 2) Điều kiện động lực học lưu chất lý tưởng trên mâm cho hai pha lỏng, hơi:
 - Pha lỏng phải hòa trộn hoàn toàn trên mâm (nồng độ đồng nhất).
 - Pha hơi không lôi cuốn các giọt lỏng từ mâm dưới lên mâm trên và đồng thời có nồng độ đồng nhất tại mọi vị trí trên tiết diện mâm.
 - Trên mỗi mâm luôn đạt sự cân bằng giữa hai pha.

2.1. Hiệu suất

Để chuyển từ số mâm lý thuyết sang số mâm thực, ta cần phải biết hiệu suất mâm. Có 3 loại hiệu suất mâm thường dùng là:

- Hiệu suất tổng quát, liên quan đến toàn tháp.
- Hiệu suất mâm Murphree, liên quan đến một mâm.
- Hiệu suất cục bộ, liên quan đến một vị trí cụ thể trên mâm.

2.1.1. Hiệu suất tổng quát (E_0)

Đơn giản khi sử dụng nhưng kém chính xác nhất, hiệu suất tổng quát được định nghĩa như sau:

$$E_0 = \frac{\text{số mâm lý thuyết}}{\text{số mâm thực tế}} = \frac{\text{Số bậc thang} - 1}{\text{số mâm thực tế}} \quad (1)$$

Với nồi đun được xem là tương đương với một mâm lý thuyết.

2.1.2. Hiệu suất mâm Murphree (E_M)

$$E_M = \frac{y_n - y_{n+1}}{y_n^* - y_{n+1}} \quad (2)$$

Trong đó:

y_n : nồng độ thực của pha hơi rời mâm thứ n.

y_{n+1} : nồng độ thực của pha hơi vào mâm thứ n (từ dưới lên).

y_n^* : nồng độ pha hơi cân bằng pha lỏng rời ống chảy chuyển mâm thứ n.

Hiệu suất mâm Murphree là tỉ số giữa sự biến đổi nồng độ pha hơi qua một mâm với sự biến đổi nồng độ cực đại có thể đạt được khi pha hơi rời mâm cân bằng với pha lỏng rời mâm thứ n. Nói chung với một mâm có đường kính lớn, pha lỏng rời mâm có nồng độ không bằng với nồng độ trung bình pha lỏng trên mâm, do đó có khái niệm hiệu suất cục bộ.

2.1.3. Hiệu suất mâm cục bộ (E_C)

$$E_C = \frac{y'_n - y'_{n+1}}{y'_{en} - y'_{n+1}} \quad (3)$$

Trong đó:

y'_n : nồng độ rời khỏi vị trí cụ thể trên mâm n.

y'_{n+1} : nồng độ pha hơi vào mâm n tại cùng vị trí.

y'_{en} : nồng độ pha hơi cân bằng pha lỏng tại cùng vị trí.

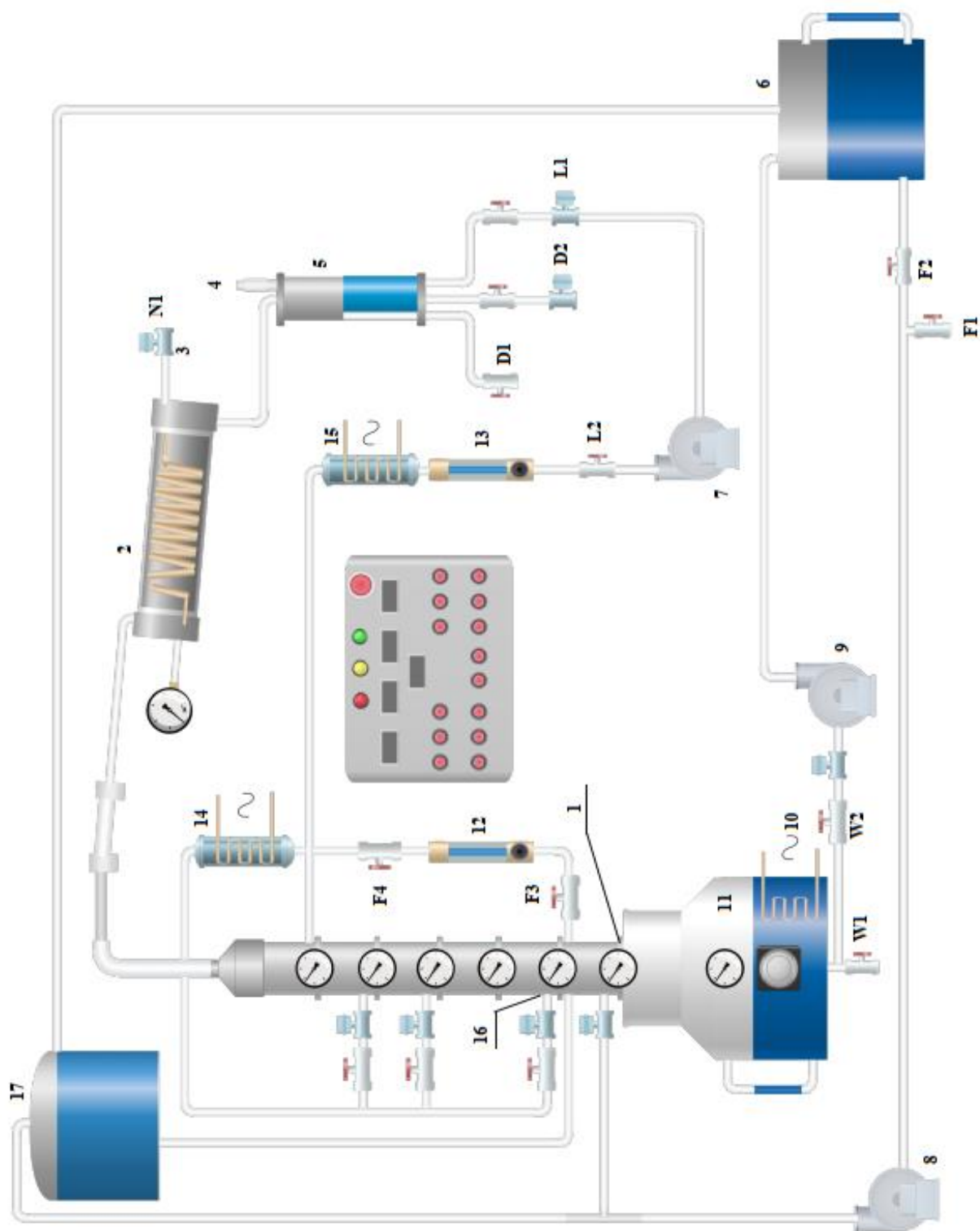
2.2. Mối liên hệ giữa hiệu suất mâm Murphree và hiệu suất tổng quát

Hiệu suất tổng quát của tháp không bằng với hiệu suất trung bình của từng mâm. Mối liên hệ giữa hai hiệu suất này tùy thuộc vào độ dốc tương đối của đường cân bằng và đường làm việc.

Tuy nhiên, khi phân tích hoạt động của tháp hay một phần của tháp thực tế, trong đó, ta xác định được sự biến thiên nồng độ qua một hoặc vài mâm ở các vị trí khác nhau sẽ xác định giá trị chính xác của E_M và E_M có thể lấy bằng E_0 ($E_M = E_0$).

3. THIẾT BỊ – DỤNG CỤ VÀ NGUYÊN LIỆU

3.1. Thiết bị – Dụng cụ



Hình 1: Sơ đồ hệ thống thí nghiệm chưng cất

Chú thích:

- 1) Mâm xuyên lỗ
- 2) Bộ phận ngưng hơi
- 3) Nước ngưng
- 4) Van giảm áp
- 5) Bình chứa sản phẩm đỉnh
- 6) Bình chứa nguyên liệu
- 7) Bơm hoàn lưu
- 8) Bơm lên bồn cao vị
- 9) Bơm sản phẩm đáy
- 10) Điện trở nôi đun 220V
- 11) Nồi đun
- 12) Lưu lượng kế dòng nhập liệu
- 13) Lưu lượng kế dòng hoàn lưu
- 14) Điện trở đun nóng dòng nhập liệu
- 15) Điện trở đun nóng dòng hoàn lưu
- 16) Cửa nhập liệu
- 17) Bồn cao vị.

- Hệ thống tháp chưng cất gồm 5 mâm thực, loại mâm xuyên lỗ.
- Hệ thống đồng hồ đo nhiệt độ các dòng nhập liệu, hoàn lưu, dòng sản phẩm đỉnh, hơi đỉnh tháp, nồi đun và tại các mâm.
- Hai lưu lượng kế đo dòng nhập liệu và hoàn lưu.
- 1 phù kế đo độ rượu.
- 2 ống khắc vạch (ống đo nhỏ và lớn): ống lớn để chứa còn nhỏ để đo lưu lượng sản phẩm đỉnh.

3.2. Nguyên liệu

Hỗn hợp rượu etanol - nước được pha sẵn có nồng độ nhất định. Thể tích khoảng 60 lít.

4. PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM**4.1. Nội dung****4.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của dòng hoàn lưu (3 chế độ)**

Mở van điện từ, sau đó điều chỉnh van cơ cho lưu lượng dòng nhập liệu ở độ đọc 30 và nhập liệu vào một mâm cố định (mâm số 4); vị trí mâm được tính từ dưới lên và trên miệng nồi đun không có mâm.

Thí nghiệm với ba chế độ khác nhau của dòng hoàn lưu ở độ đọc: 5, 10, 15.

4.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của vị trí mâm nhập liệu (2 chế độ)

Thay đổi 2 vị trí mới của nhập liệu vào mâm số 5 và mâm số 2. Lưu lượng dòng nhập liệu vẫn được giữ nguyên ở độ đọc 30 và dòng hoàn lưu ở độ đọc 10.

4.2. Tiến hành

4.2.1. Quan sát hệ thống

Trước khi tiến hành thí nghiệm (20 phút đầu giờ), sinh viên quan sát hệ thống và đối chiếu với sơ đồ trong Giáo trình.

Tìm xem vị trí:

- Các thiết bị: bình chứa nguyên liệu, bơm nhập liệu, bơm hoàn lưu, bơm xả đáy, nồi đun, TBNT, bình chứa sản phẩm đỉnh, hệ thống.
- Hệ thống van – đường ống dẫn: nhập liệu, hoàn lưu, tháo sản phẩm đáy, thu hồi sản phẩm về bình chứa nguyên liệu.
- Hệ thống điện: các nút trên táp – lô điện, cầu dao dẫn điện vào hệ thống.
- Các dụng cụ đo: đồng hồ điện tử đo nhiệt độ, lưu lượng kế đo lưu lượng của các dòng.

4.2.2. Khởi động

Kiểm tra nguyên liệu:

- Xem nguyên liệu có đủ TN: Xem ống thủy chỉ mực chất lỏng bên hông phải bình chứa, mực chất lỏng phải đầy ống thủy mới đảm bảo đủ nguyên liệu TN.
- Đo độ rượu nguyên liệu: nguyên liệu được lấy như sau: giữa bơm nhập liệu và bình chứa nguyên liệu có đường ống + van để tháo nguyên liệu, đưa ống đong nhỏ vào miệng đường ống này lấy gần đầy ống đong và đem đo độ rượu. Cách đo được trình bày ở mục 4.2.5.

Đưa dòng điện vào hệ thống:

- Đóng cầu dao điện.

Nhập liệu vào nồi đun: (khoảng 1/3 nồi)

- Khóa các van: van xả sản phẩm đáy (dưới đáy nồi đun) và van hút gồm van điện từ và van cơ của bơm sản phẩm đáy (phía sau hệ thống - ngang tầm với đáy nồi đun).
- Bật công tắc bơm nhập liệu và mở van điện từ nồi đun

- Theo dõi mực chất lỏng ở ống thủy bên hông trái nồi đun, khi thấy mực chất lỏng đến vạch đỏ là được.
- Tắt bơm nhập liệu, tắt van nồi đun

Gia nhiệt cho nồi đun:

- Kiểm tra một lần nữa mực chất lỏng ở ống chỉ mực nồi đun để đảm bảo hỗn hợp ngập điện trở nồi đun, nếu không khi gia nhiệt, nồi đun sẽ bị “cháy” điện trở.
- Bật công tắc điện trở nồi đun .
- Mở van nước gồm công tắc van điện từ phía trước và van cơ phía sau sát tường để cấp nước cho thiết bị ngưng tụ sản phẩm đỉnh làm việc.
- Mở van chảy tràn của sản phẩm đỉnh để thông hơi (van bên trái của bình chứa sản phẩm đỉnh). Đóng van hoàn lưu và van xả sản phẩm đỉnh (bên phải và ngay giữa bình chứa sản phẩm đỉnh).

Chờ nồi đun sôi.

4.2.3. Nhập liệu vào mâm

Khi thấy có pha hơi bốc lên nhiều và ngưng tụ chảy thành giọt lỏng trên các mâm trong tháp, mở van cơ và công tắc van điện từ.

.Chỉnh lưu lượng kế của dòng nhập liệu ở độ đọc 30 bằng van cơ ở vị trí mâm cần thí nghiệm(mở hết van và chỉnh nhẹ nhàng cho tâm viên bi ngay vạch 30). *Lưu ý: phải luôn chỉnh lưu lượng dòng nhập liệu không thay đổi trong suốt quá trình TN.*

Bật công tắc điện trở gia nhiệt cho dòng nhập liệu.

4.2.4. Khởi động dòng hoàn lưu

Khi thấy có dòng sản phẩm đỉnh ngưng tụ - chảy trong bình chứa sản phẩm đỉnh, mở van điện từ dòng hoàn lưu và khoá van chảy tràn;

Bật công tắc bơm hoàn lưu

Chỉnh lưu lượng kế của dòng hoàn lưu ở độ đọc cần khảo sát bằng van màu đen bên dưới, phía bên phải gần lưu lượng kế (mở hết van và chỉnh nhẹ nhàng cho tâm viên bi ngay vạch cần khảo sát).

Bật công tắc điện trở gia nhiệt cho dòng hoàn lưu

4.2.5. Tiến hành các chế độ TN

a) Khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng dòng hoàn lưu

Khi khảo sát lưu lượng dòng hoàn lưu, thì vị trí mâm nhập liệu là không đổi (mâm số 4), lưu lượng dòng nhập liệu không đổi (ở độ đọc 30) và chỉ có lưu lượng dòng hoàn lưu thay đổi ở các độ đọc cần khảo sát.

Ở mục 4.2.4, đã khởi động dòng hoàn lưu và đã chỉnh lưu lượng kế dòng hoàn lưu ở chế độ khảo sát đầu tiên.

Chờ hệ thống hoạt động ổn định. Hệ thống hoạt động ổn định khi:

- Các điện trở gia nhiệt các dòng hoạt động đúng công suất (3 phút kể từ khi bậc nút công tắc gia nhiệt các dòng).
- Các lưu lượng kế đo các dòng phải hoạt động ổn định (tâm viên bi ở giữa vạch cần khảo sát không được trôi - sụt).
- Sản phẩm đỉnh phải đảm bảo hoàn toàn thuộc chế độ cần khảo sát. Do đó, ở chế độ đầu tiên khảo sát, phải chờ mực chất lỏng trong bình chứa sản phẩm đỉnh dâng lên gần miệng ống chảy tràn thì mở hết van tháo sản phẩm đỉnh cho chất lỏng chảy gần hết (còn lại 2 cm) vào bình nhựa rồi khóa van lại (vì khi chưa khởi động dòng hoàn lưu thì đã có sản phẩm đỉnh ngưng tụ trong bình, vì vậy, phải xả hết chất lỏng này ra mới đảm bảo sản phẩm hoàn toàn thuộc chế độ cần khảo sát).

Chuyển đổi chế độ TN khi khảo sát dòng hoàn lưu:

- Trong khi đo độ rượu của sản phẩm đỉnh, mở hết van xả sản phẩm đỉnh vào bình nhựa, khi chất lỏng chảy gần hết thì khóa van này lại.
- Khi sản phẩm đỉnh dâng lên được 5cm, thì mở van xả sản phẩm đỉnh cho chất lỏng chảy gần vào bình nhựa rồi khóa van lại (thao tác này nhằm đảm bảo cho sản phẩm là hoàn toàn ở chế độ cần khảo sát).
- Chờ mực chất lỏng dâng lên đến ngang miệng ống chảy tràn và tiếp tục trình tự đo số liệu như chế độ đầu.

Tương tự như vậy, tiến hành khảo sát chế độ còn lại của dòng hoàn lưu.

b) Khảo sát ảnh hưởng của vị trí mâm nhập liệu

Khi khảo sát vị trí mâm nhập liệu (hai vị trí mâm số 2 và số 5), thì lưu lượng dòng nhập liệu vẫn không đổi (ở độ đọc 30) và lưu lượng dòng hoàn lưu cũng giữ không đổi (ở độ đọc 10), nhập liệu vào mâm nào thì mở van mâm đó.

Các bước đo số liệu cũng được tiến hành như khi khảo sát dòng hoàn lưu

c) Đo số liệu trong một chế độ thí nghiệm

Các thông số cần đo: nhiệt độ dòng nhập liệu, dòng hoàn lưu, dòng sản phẩm đỉnh (dòng hơi và dòng lỏng ngưng tụ), nhiệt độ sản phẩm đáy, độ rượu của dòng nhập liệu (chỉ đo một lần vì hỗn hợp nhập liệu có nồng độ ổn định trong quá trình TN), độ rượu sản phẩm đỉnh và lưu lượng của sản phẩm đỉnh.

Nguyên tắc đo: Hệ thống phải hoạt động ổn định và các thông số trên phải tiến hành đo cùng một lúc (thành viên trong nhóm phân công nhau đo).

Cách đo:

- 1) **Lưu lượng sản phẩm đỉnh:** Dòng sản phẩm đỉnh không có lưu lượng kế để đo, do đó phải đo bằng cách cổ điển. Đo thể tích dòng sản phẩm đỉnh chảy được

trong khoảng thời gian - 30 giây (thứ nguyên của lưu lượng là thể tích/thời gian).
Tiến hành đo lưu lượng sản phẩm đỉnh như sau:

- Chờ mực chất lỏng trong bình chứa sản phẩm đỉnh dâng lên ngang miệng ống chảy tràn. Chuẩn bị đồng hồ đeo tay để đo thời gian (30 giây).
 - Đưa ống đồng lớn hứng vào miệng đường ống đo lưu lượng (phía sau bình chứa sản phẩm đỉnh, đường ống này thông với ống chảy tràn của bình chứa sản phẩm đỉnh thông qua van chảy tràn).
 - Mở hết van chảy tràn.
 - Chờ cho dòng sản phẩm đỉnh chảy ổn định (chảy đều) vào ống đồng lớn, canh đồng hồ và đưa ống đồng nhỏ vào thay ống đồng lớn để hứng chất lỏng chảy trong 30 giây.
 - Hết 30 giây, lấy ống đồng nhỏ ra và đưa ống đồng lớn vào để hứng sản phẩm đỉnh;
 - Khóa van chảy tràn lại.
 - Đặt ống đồng nhỏ ở chỗ bằng phẳng, đọc mặt cong của mực chất lỏng trùng vạch nào của ống đồng thì đọc vạch đó.
 - Kết thúc việc đo lưu lượng sản phẩm đỉnh, sau đó rót chất lỏng ở ống đồng lớn vào ống đồng nhỏ gần đầy để đo độ rượu.
 - Đối với dòng nhập liệu và dòng hoàn lưu thì đọc giá trị trên các lưu lượng kế (giá trị này là độ đọc của dụng cụ đo không phải là giá trị của lưu lượng các dòng, để có giá trị lưu lượng là ml/phút: lấy độ đọc nhân với hệ số của lưu lượng kế là 5,64).
- 2) **Độ rượu:** Đo bằng phù kế (là phần trăm thể tích của rượu trong dung dịch). Tiến hành đo như sau: lấy gần đầy chất lỏng cần đo vào ống đồng nhỏ, cho nhẹ nhàng phù kế vào ống đồng (không được thả mạnh sẽ làm vỡ phù kế). Chờ cho phù kế hết dao động - nổi cân bằng, đọc mặt cong của mực chất lỏng trùng với vạch nào của phù kế thì đọc vạch đó.
- Để đọc chính xác giá trị độ rượu sinh viên lưu ý:
- Phù kế phải nổi mới đo được;
 - Trước khi đo, lấy phù kế ra xem kỹ cách chia vạch trên phù kế (các con số trên phù kế chỉ giá trị của vạch dài tức vạch nằm ngay dưới con số).
- 3) **Nhiệt độ:** Đọc các giá trị nhiệt độ trên các đồng hồ điện tử, phân công nhau đọc cùng lúc với đo lưu lượng dòng sản phẩm đỉnh.

Trong một chế độ, để đo số liệu được chính xác sinh viên cần chú ý:

- Phải luôn chỉnh lưu lượng hai dòng nhập liệu và hoàn lưu ở độ đọc cần khảo sát vì viên bi luôn bị trôi sụt gây sai số.
- Dòng sản phẩm đỉnh phải được đảm bảo hoàn toàn thuộc chế độ cần khảo sát.
- Các giá trị của các đại lượng đo phải được đọc cùng một lúc.

4.2.6. Một số lưu ý trong quá trình vận hành tháp

- Thường xuyên kiểm tra dòng nước ra khỏi TBNT - đề phòng mất nước sẽ không ngưng tụ hơi được gây thất thoát hơi và hư hỏng các van bít kín của TBNT.
- Đang TN, không được cho vào bình chứa nguyên liệu bất cứ hỗn hợp sản phẩm nào vì sẽ làm thay đổi nồng độ ban đầu của nguyên liệu.
- Theo dõi thường xuyên mực chất lỏng trong nồi đun, nếu mực chất lỏng dâng đầy ống thủy phải xả bớt chất lỏng trong nồi ra bằng van xả đáy phía dưới đáy nồi và cho vào bình nhựa không được cho vào bình chứa nguyên liệu.
- Khi mở các van trong hệ thống phải mở hết van và điều chỉnh về chế độ cần thí nghiệm
- Khi tháp hoạt động phải quan sát quá trình xảy ra trên từng mâm trong tháp và ghi nhận lại.

4.3. Kết thúc thí nghiệm

Tắt điện, nước:

- Lần lượt tắt hết các nút điện (nguyên tắc: nút nào mở trước thì tắt sau, nút nào mở sau tắt trước), để van cấp nước thiết bị ngưng tụ lại sau 10 phút mới tắt.
- Sau đó khóa van nước phía sau sát tường xả hết sản phẩm đỉnh ra bình nhựa.

Bơm sản phẩm đáy hoàn về bình chứa nguyên liệu:

- Khi nồi đun đã nguội (nhìn đồng hồ đo nhiệt bên hông phải của nồi khoảng 10 phút), mở hết hai van hút của bơm sản phẩm đáy (van hút phía sau hệ thống - ngang tầm với đáy nồi), bật công tắc van dòng xả đáy, quan sát ống thủy của nồi đun: khi mực chất lỏng trong ống thủy rút hết, tắt bơm và khóa hai van hút của bơm lại.

Hoàn sản phẩm đỉnh và sản phẩm đáy (nếu có) trong bình nhựa về bình chứa nguyên liệu để hoà trộn nguyên liệu cho nhóm sau làm TN.

- Tắt cầu dao điện

Kiểm tra hệ thống một lần nữa và vệ sinh khu vực bài TN.

6. CÂU HỎI CHUẨN BỊ

- 4) Nêu mục đích bài TN?
- 5) Nêu ý nghĩa các vấn đề cần khảo sát trong mục đích TN?
- 6) Nêu đặc trưng của quá trình chưng cất? Cho biết sự giống nhau và khác nhau giữa quá trình chưng cất và cô đặc?
- 7) Nêu động lực của quá trình chưng cất?
- 8) Kể tên các loại tháp chưng cất đã học? Ưu - nhược điểm từng loại? Bài này dùng loại tháp gì?

- 9) Nêu các phương pháp xác định số mâm lý thuyết? Ưu - nhược điểm từng phương pháp? Bài TN này dùng phương pháp nào? Có mấy mâm thực?
- 10) Định nghĩa dòng hoàn lưu? Ý nghĩa dòng hoàn lưu?
- 11) Thông số nào đặc trưng cho dòng hoàn lưu? Cách xác định?
- 12) Nêu các yếu tố của dòng hoàn lưu ảnh hưởng đến quá trình chưng cất? Bài này chỉ khảo sát yếu tố nào?
- 13) Nêu các yếu tố của dòng nhập liệu ảnh hưởng đến quá trình chưng cất? Bài này chỉ khảo sát yếu tố nào và ảnh hưởng của nó đến quá trình ra sao?
- 14) Trạng thái nhiệt động là gì? Dòng nhập liệu vào mâm ở trạng thái nào là tốt nhất? Tại sao?
- 15) Bài này dòng nhập liệu và hoàn lưu vào tháp ở trạng thái nào? Trạng thái này có thay đổi trong quá trình TN?
- 16) Nêu tiến hành TN để khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng dòng hoàn lưu?
- 17) Nêu tiến hành TN để khảo sát ảnh hưởng của vị trí mâm nhập liệu?
- 18) Khi vận hành tháp cần lưu ý những điểm nào?
- 19) Nêu các thông số cần đo và những điểm cần lưu ý để đo chính xác các thông số trong một chế độ TN?
- 20) Độ rượu là gì? Đo độ rượu bằng dụng cụ gì? Cách qui đổi từ độ rượu sang phân mol?
- 21) Lưu lượng là gì? Có mấy cách đo lưu lượng? Bài này dùng phương pháp nào? Cách đo ra sao?
- 22) Mô tả trạng thái ngập lụt của tháp? Nêu sự ảnh hưởng của nó đến quá trình chưng cất? Cách nhận biết và biện pháp khắc phục?
- 23) Có mấy loại hiệu suất của quá trình chưng cất? Các phương pháp xác định? Bài này dùng phương pháp nào?
- 24) Để xác định được hiệu suất từng mâm, cần thiết những đại lượng nào? Bài này với các đại lượng cần đo có tính được hiệu suất mâm?
- 25) Phân mol tiên đoán của sản phẩm đỉnh là gì? Cách xác định?
- 26) Nêu các loại nồi đun cho tháp chưng cất? Trong bài TN dùng loại nồi đun gì? Mô tả?
- 27) Ý nghĩa của việc cấp nhiệt trực tiếp bằng hơi nước cho đáy tháp? Với hỗn hợp nguyên liệu của bài TN này có thể sử dụng hơi nước để cấp nhiệt trực tiếp được không? Tại sao?