

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
**«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»
(ВлГУ)**

Институт архитектуры, строительства и энергетики

Кафедра химических технологий

Пикалов Евгений Сергеевич

ПРОЦЕССЫ И АППАРАТЫ МАССОПЕРЕНОСА

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ
по дисциплине «Процессы и аппараты массопереноса» для студентов ВлГУ,
обучающихся по направлению 18.04.01 – Химическая технология

Владимир – 2016 г.

Данные методические указания включают рекомендации по подготовке к выполнению и защите лабораторных работ по дисциплине «Процессы и аппараты массопереноса» для студентов направления 18.04.01. «Химическая технология» ВлГУ.

Методические указания составлены на основе требований ФГОС ВО и ОПОП направления 18.04.01. «Химическая технология», рабочей программы дисциплины «Процессы и аппараты массопереноса».

Рассмотрены и одобрены на
заседании УМК направления
18.04.01 «Химическая технология»
Протокол №8 от 22.04.2016 г.
Рукописный фонд кафедры ХТ ВлГУ

ОГЛАВЛЕНИЕ

Лабораторная работа 1. Изучение параметров процессов с непрерывным и ступенчатым контактом фаз.....	4
Лабораторная работа 2. Исследование простой и дробной перегонок.....	9
Лабораторная работа 3. Исследование влияния дефлегмации на степень разделения при ректификации.....	14
Лабораторная работа 4. Исследование влияния температурного режима на процесс конвективной сушки.....	21
Лабораторная работа 5. Исследование массообмена в системе «газ – твердое тело».....	27

Лабораторная работа 1. Изучение параметров процессов с непрерывным и ступенчатым контактом фаз

Цель выполнения лабораторной работы

1. Изучить кинетику процессов разделения жидких смесей на аппаратах со ступенчатым и непрерывным контактами фаз;
2. Сравнить степень разделения и производительность при разделении жидких смесей на аппаратах со ступенчатым и непрерывным контактами фаз.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студентам не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя две следующих таблицы:

Время от начала эксперимента, с	№ пробы	Температура в кубе, °С	n_D^{20}		Доля легколетучего компонента	
			В кубе	В дистилляте	В кубе	В дистилляте
	1					
	...					

Время от начала эксперимента, с	№ пробы	Температура, °С		n_D^{20}		Доля легколетучего компонента	
		В кубе	В верхней части колонны	В кубе	В дистилляте	В кубе	В дистилляте
	1						
	...						

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Перед началом работы готовится раствор легколетучего компонента, концентрация и количество которого задаются преподавателем. Затем проверяется рабочее состояние рефрактометра (см. рис. 1) путем включения его в сеть. В случае неисправности о ней сообщают преподавателю, и неисправность устраняется.

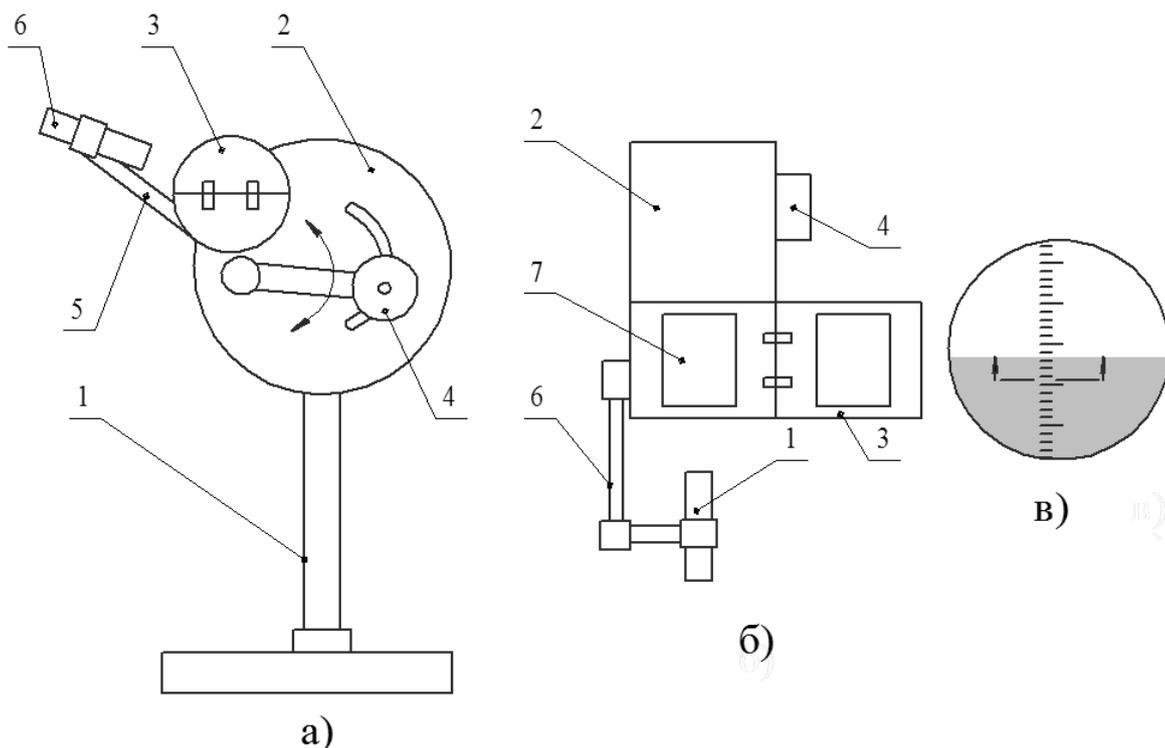


Рис. 1. Схема рефрактометра: а – общий вид; б – вид сверху; в – схема определения; 1 – основание; 2 – корпус; 3 – камера осветителя; 4 – окуляр; 5 – шарнирный держатель осветителя; 6 – осветитель; 7 – предметное стекло

Если рефрактометр исправен, то отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель исходного раствора и помещают их на предметное стекло рефрактометра (см. рис. 1, б).

Определение показателя преломления проводят по следующей методике:

После помещения капль пробы на предварительно протертое предметное стекло закрывают камеру осветителя и направляют свет от осветителя через специальное стекло камеры, называемое ширмой. После этого через окуляр наблюдают за распределением осветленного и затемненного пространств (см. рис. 1, в). Перемещая окуляр вверх или вниз (показано стрелками на рис. 1, а) совмещают две черты в окуляре с границей осветленного и затемненного пространств (показано стрелками на рис. 1, в). Записывают показания, соответствующие

расположению черт окуляра на градуировочной шкале рефрактометра. Таким же образом определяют показатели преломления в пробах дистиллята и кубового остатка, после каждого определения протирают предметное стекло фильтровальной бумагой.

Затем делят исходный раствор на две равные части и проверяют исправность установки, показанной на рис. 2.

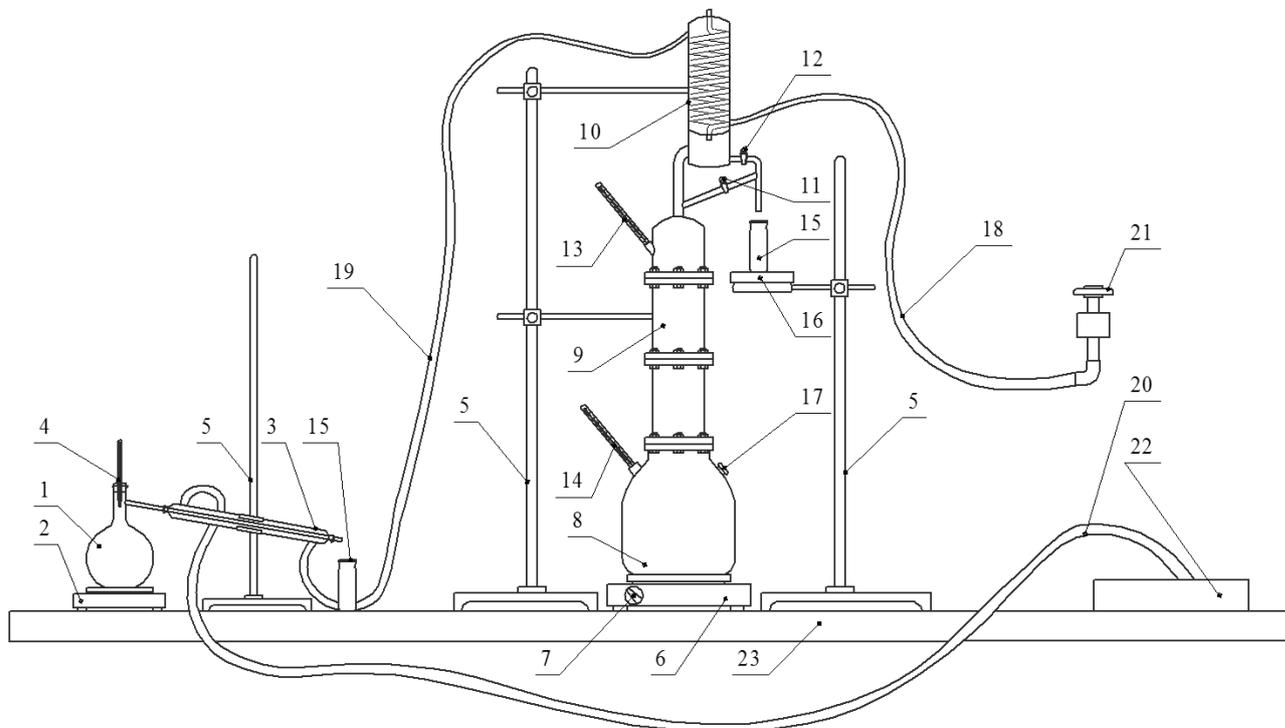


Рис. 2. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Изучение параметров процессов с непрерывным и ступенчатым контактом фаз»: 1, 8 – перегонный куб; 2 – колба-нагреватель; 3 – водяной холодильник; 4, 13, 14 – термометры; 5 – штативы; 6 – электроплитка; 7 – регулятор нагрева; 9 – тарельчатая часть колонны; 10 – холодильник-дефлегматор; 11, 12, 21 – вентили; 15 – пробоотборники; 16 – платформа; 17 – патрубков; 18, 19 – подводящие шланги; 20 – сливной шланг; 22 – слив; 23 – лабораторный стол

Проверяют надежность крепления и устойчивость штативов 5, затем заливают в перегонные кубы 1 и 8 исходную жидкость. После этого при помощи вентиля 21 подают воду в рубашки холодильника-дефлегматора 10 и холодильника 3. В случае обнаружения течи о ней сообщают преподавателю и неисправность устраняется. В случае, если установка герметична включают в сеть колбонагреватель 2 и электроплитку 7. Под отводящие трубки холодильника-дефлегматора 10 и холодильника 3 ставят пробоотборники 15. Проверяют, чтобы вентиль 12 был открыт, а вентиль 11 перекрыт.

Затем ждут появления первых капель дистиллята в одном из пробоотборников. Когда один из пробоотборников начнет заполняться включают секундомер и далее записывают начало времени заполнения каждого пробоотборника.

При начале заполнения каждого пробоотборника от куба 1 записывают показания термометра 4, а при начале заполнения каждого пробоотборника от куба 8 записывают показания термометров 13 и 14. Кроме того, во время заполнения каждого пробоотборника из соответствующего куба отбирают несколько капель и определяют показатель их преломления на рефрактометре по указанной выше методике.

Когда от каждого куба заполнится по пять пробоотборников колба-нагреватель 2 и электроплитку 7 выключают и под отводящие трубки холодильника-дефлегматора 10 и холодильника 3 ставят пробоотборники для сбора остатков дистиллята. После этого ждут еще 10 – 15 минут, пока все пары не сконденсируются и выключают подачу воды, перекрывая вентиль 21.

Затем из всех пробоотборников отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель и поочередно помещают их на предметное стекло рефрактометра. Определяют показатель преломления для каждой пробы дистиллята.

Сливают дистиллят и его остатки из всех пробоотборников в отдельную емкость и отдают ее преподавателю, наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают концентрацию легколетучего компонента в пробах дистиллята x_D и кубового остатка x_W по измеренным показателям преломления n_D^{20} и данным таблицы:

x , масс %	n_D^{20}	x , масс %	n_D^{20}	x , масс %	n_D^{20}
0	1,33297	40	1,35800	85	1,36471
5	1,33616	50	1,36117	90	1,36419
10	1,33962	60	1,36328	95	1,36310
15	1,34326	70	1,36455	100	1,36130
20	1,34695	75	1,36482		
30	1,35349	80	1,36589		

Для этого применяют формулу линейного интерполирования:

$$x = x_1 + \frac{x_2 - x_1}{n_D^{20} - n_D^{20}_1} (n_D^{20} - n_D^{20}_1),$$

где $n_D^{20}_1$ – значение показателя преломления, ближайшее меньшее к измеренному;

n_D^{20} – значение показателя преломления, ближайшее большее к измеренному; n_D^{20} – измеренное значение показателя преломления; x_1, x_2 – значения концентрации легколетучего компонента при показателях преломления $n_D^{20}_1, n_D^{20}_2$.

2. Строят графики следующих зависимостей: $x_D = f(\tau)$ и $x_W = f(\tau)$, на каждом из которых проводят одну линию, полученную при простой перегонке и одну линию, полученную при ректификации.

3. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Концентрация исходного раствора, %	Степень заполнения пробоборников	Вариант	Концентрация исходного раствора, %	Степень заполнения пробоборников
1	60	наполовину	4	65	целиком
2	70	целиком	5	75	наполовину
3	80	наполовину	6	85	целиком

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. В чем отличие аппаратов с непрерывным и ступенчатым контактами фаз?
2. Какие способы разделения жидких смесей Вы знаете?
3. На чем основано разделение жидких смесей перегонкой?
4. В чем отличие перегонки от ректификации?
5. Чем характеризуется фазовое равновесие в системе «жидкость - пар»?

6. Что называют парциальным давлением и как оно определяется?
7. От каких факторов зависят параметры и кинетика разделения жидких смесей?
8. В чем особенность массообменных процессов со свободной границей раздела фаз?

Список литературы

1. Романков П.Г. и др. Массообменные процессы химической технологии: Учеб. пособие. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2011. - 440 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081949.html>);
2. Кудинов А.А. Тепломассообмен: Учеб. пособие - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 375 с (доступ по интернет-ссылке <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=463148>);
3. Цветков Ф.Ф., Григорьев Б.А. Тепломассообмен: учебник для вузов. – М. Издательский дом МЭИ, 2011. - 562 с. (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785383005637.html>);
4. Фролов В.Ф. Лекции по курсу "Процессы и аппараты химической технологии". - 2-е изд., истр. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2008. - 608 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081581.html>).

Лабораторная работа 2. Исследование простой и дробной перегонки

Цель выполнения лабораторной работы

1. Изучить влияние температуры и концентрации кубовой жидкости на кинетику простой перегонки;
2. Сравнить показатели процесса при обычном и дробном сборах дистиллята.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студентам не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

Время от начала эксперимента, с	Температура в кубе, °С	Пробоотборники		Масса дистиллята, г		Показатель преломления	Доля легколетучего компонента	
		№	масса пустого, г	масса с дистиллятом, г	в пробоотборнике		суммарная	В пробоотборнике
		1						
		2						
		...						

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работы проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 3.

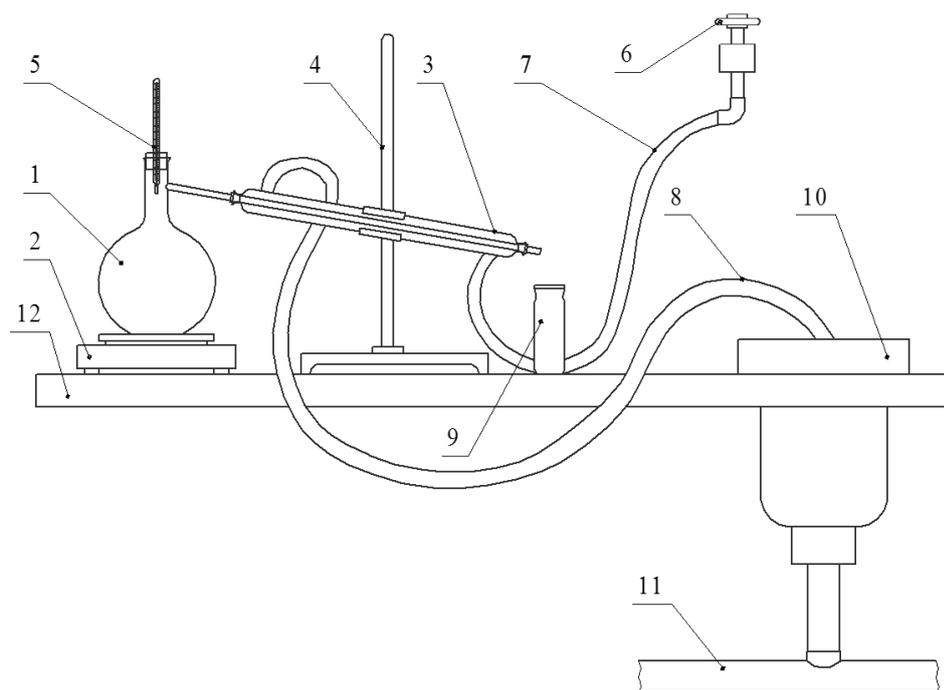


Рис. 3. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Исследование фракционной перегонки»: 1 – перегонный куб; 2 – колба нагреватель; 3 – водяной холодильник; 4 – штатив; 5 – термометр; 6 – вентиль; 7 – подводящий шланг; 8 – сливной шланг; 9 – пробоотборник; 10 – слив; 11 – канализация; 12 – лабораторный стол

Перед началом работы готовится раствор легколетучего компонента, концентрация и количество которого задается преподавателем. Приготовленный раствор заливается в перегонный куб 1. Включают рефрактометр (см. рис. 1) в сеть и проверяют его рабочее состояние. В случае неисправности о ней сообщают преподавателю, и неисправность устраняется.

Если рефрактометр исправен, то отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель исходного раствора, помещают их на предметное стекло рефрактометра (см. рис. 1, б) и определяют показатель преломления по методике, изложенной в методических указаниях к первой лабораторной работе.

Перед началом эксперимента проверяют чистоту пробоотборников 9 и в случае, если они грязные заменяют их. Чистые пробоотборники 9 взвешивают и записывают результат. Также проверяют, чтобы конец сливного шланга 8 находился в сливе, проверяют надежность крепления шлангов. Под выходной конец трубки перегонного куба 1 ставят первый пробоотборник 9.

После этого перегонный куб 1 помещается на колбонагреватель 2 и включается нагрев. В это же время при помощи вентиля 6 начинают подачу воды в холодильник 3. Подача воды контролируется преподавателем. В случае обнаружения течи о ней сообщается преподавателю, и течь устраняется.

После этого ждут появления дистиллята в выходной трубке перегонного куба 1.

Когда дистиллят начинает капать в первый пробоотборник 9 запускают секундомер и записывают показания термометра 5. Затем термометр 5 извлекают и отбирают из куба несколько капель при помощи пипетки и груши, помещают отобранные капли на стекло рефрактометра (см. рис. 1, б) и определяют показатель преломления по указанной выше методике. После отбора пробы кубового остатка термометр 5 вновь помещают в перегонный куб 1.

После заполнения пробоотборника дистиллятом до заданного преподавателем объема он заменяется на следующий пробоотборник. Записывается время от начала эксперимента, температура в кубе и вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления.

После заполнения пяти пробоотборников дистиллятом под выходную трубку перегонного куба 1 ставят пробоотборник для сбора остатков дистиллята, колбонагреватель выключают и ожидают завершения испарения в перегонном кубе 1. После этого ждут еще 10 – 15 минут, пока все пары не сконденсируются и выключают подачу воды в холодильник 3, перекрывая вентиль 6.

Затем взвешивают пробоотборники с дистиллятом, поочередно отбирают из каждого при помощи пипетки и груши несколько капель и помещают их на предметное стекло рефрактометра. Определяют показатель преломления для каждой пробы дистиллята.

Затем сливают содержимое всех пяти пробоотборников в отдельную емкость и перемешивают в течении 5 – 6 минут. Затем из полученной жидкости отбирают пробу и определяют ее показатель преломления.

После этого сливают дистиллят и его остатки в отдельную емкость и отдают ее преподавателю, наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают суммарное количество дистиллята ΣD путем сложения масс дистиллята в пробоотборниках. Таким образом для первого пробоотборника суммарная масса будет равна массе дистиллята в нем; для второго пробоотборника суммируют массу дистиллята в первом и втором пробоотборниках и т.д.

2. Рассчитывают концентрацию легколетучего компонента в пробах дистиллята x_D и кубового остатка x_W по измеренным показателям преломления n_D^{20} и данным таблицы:

x , масс %	n_D^{20}	x , масс %	n_D^{20}	x , масс %	n_D^{20}
0	1,33297	40	1,35800	85	1,36471
5	1,33616	50	1,36117	90	1,36419
10	1,33962	60	1,36328	95	1,36310
15	1,34326	70	1,36455	100	1,36130
20	1,34695	75	1,36482		
30	1,35349	80	1,36589		

Для этого применяют формулу линейного интерполирования:

$$x = x_1 + \frac{x_2 - x_1}{n_D^{20_2} - n_D^{20_1}} (n_D^{20} - n_D^{20_1}),$$

где $n_D^{20_1}$ – значение показателя преломления, ближайшее меньшее к измеренному; $n_D^{20_2}$ – значение показателя преломления, ближайшее большее к измеренному; n_D^{20} – измеренное значение показателя преломления; x_1, x_2 – значения концентрации легколетучего компонента при показателях преломления $n_D^{20_1}, n_D^{20_2}$.

3. Строят графики следующих зависимостей: $x_D = f(\Sigma D)$, $x_W = f(\Sigma D)$, $t = f(\Sigma D)$.

4. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Концентрация исходного раствора, %	Степень заполнения пробочников	Вариант	Концентрация исходного раствора, %	Степень заполнения пробочников
1	50	наполовину	4	70	целиком
2	55	целиком	5	80	наполовину
3	85	наполовину	6	60	целиком

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Как изменяется состав дистиллята при фракционной перегонке и с чем это связано?
2. Как влияет давление на процесс перегонки?
3. Как можно повысить содержание легколетучего компонента в дистилляте?
4. Как формулируются законы Рауля и Дальтона?
5. Как классифицируют жидкие смеси по взаимной растворимости и по степени отклонения от закона Рауля?
6. Как строят фазовые диаграммы и диаграммы равновесия? Для чего они нужны?
7. Напишите и объясните материальный баланс простой перегонки.
8. Напишите и объясните тепловой баланс простой перегонки.

Список литературы

1. Романков П.Г. и др. Массообменные процессы химической технологии: Учеб. пособие. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2011. - 440 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081949.html>);

2. Кудинов А.А. Тепломассообмен: Учеб. пособие - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 375 с (доступ по интернет-ссылке <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=463148>);

3. Цветков Ф.Ф., Григорьев Б.А. Тепломассообмен: учебник для вузов. – М. Издательский дом МЭИ, 2011. - 562 с. (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785383005637.html>);

4. Фролов В.Ф. Лекции по курсу "Процессы и аппараты химической технологии". - 2-е изд., истр. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2008. - 608 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081581.html>).

Лабораторная работа 3. Исследование влияния дефлегмации на степень разделения при ректификации

Цель выполнения лабораторной работы

1. Изучить кинетику изменения концентрации легколетучего компонента при ректификации с дефлегмацией;
2. Изучить влияние дефлегмации на степень разделения компонентов при ректификации.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студенты не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

Время от начала эксперимента, с	№ пробы	Температура, °С		Расход, кап		R	n _D ²⁰		Доля легколетучего компонента	
		В кубе	В верхней части ко-	D	L		В кубе	В дистил-ляте	В кубе	В дистил-ляте

Примечание: пояснения к обозначениям даны в методике обработки результатов эксперимента

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работы проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 4.

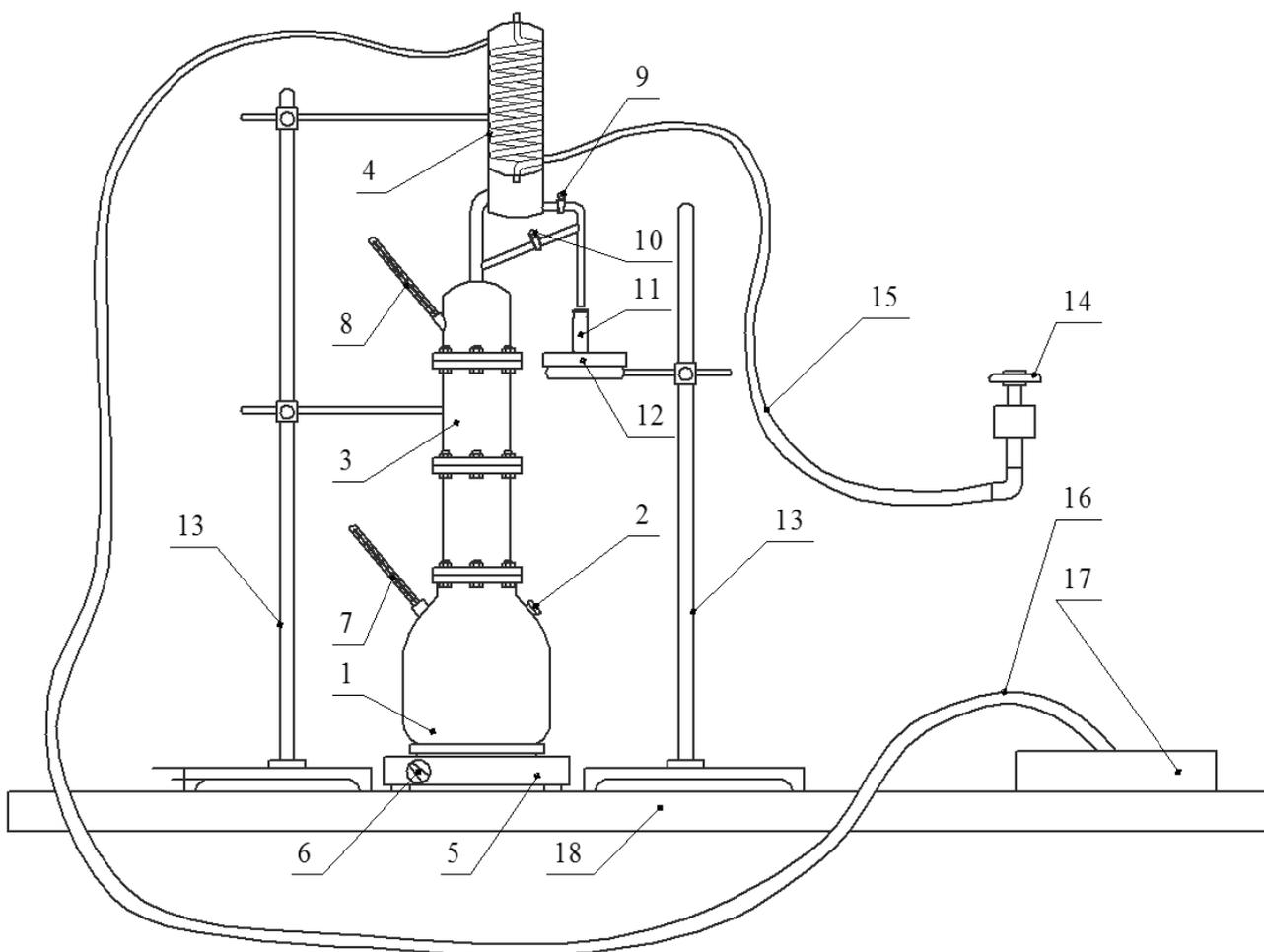


Рис. 4. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Исследование ректификации бинарных смесей»: 1 – перегонный куб; 2 – патрубок; 3 – тарельчатая часть колонны; 4 – холодильник-дефлегматор; 5 – электроплитка; 6 – регулятор нагрева; 7,8 – термометры; 9,10, 14 – вентили; 11 – пробоотборник; 12 – платформа; 13 – штативы; 15 – подводящий шланг; 16 – сливной шланг; 17 – слив; 18 – лабораторный стол

Перед началом работы готовится раствор легколетучего компонента, концентрация и количество которого задается преподавателем. Приготовленный раствор заливается в перегонный куб 1 через патрубок 2. Включают рефрактометр (см. рис. 1) в сеть и проверяют его рабочее состояние. В случае неисправности о ней сообщают преподавателю, и неисправность устраняется.

Если рефрактометр исправен, то отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель исходного раствора, помещают их на предметное стекло рефрактометра (см. рис. 1, б) и определяют показатель преломления по методике, изложенной в методических указаниях к первой лабораторной работе.

Перед началом эксперимента проверяют чистоту пробоотборников 11 и в случае, если они грязные заменяют их. Затем один из пробоотборников 11 ставят на платформу 11 таким образом, чтобы он располагался точно под сливной трубкой холодильника-дефлегматора 4.

Также проверяют, чтобы конец сливного шланга 16 находился в сливе 17, проверяют надежность крепления шлангов, устойчивость и надежность крепления штативов 13.

После этого включают электроплитку 5 в сеть и регулятором 6 выставляют интенсивность нагрева на максимум. Для более быстрого и эффективного нагрева накрывают куб 1 асбестовой тканью. В это же время при помощи вентиля 14 начинают подачу воды в холодильник-дефлегматор 4. Подача воды контролируется преподавателем. В случае обнаружения течи о ней сообщается преподавателю, и течь устраняется.

После этого ждут появления первых капель дистиллята на дне холодильника-нагревателя и переводят вентили 9 и 10 в положение «открыто».

Когда дистиллят начинает капать в первый пробоотборник 11 снижают интенсивность нагрева при помощи регулятора 6 до средних значений, запускают секундомер и записывают температуру в кубе по термометру 7 и в верхней части колонны по термометру 8. Затем термометр 7 извлекают и отбирают из куба несколько капель при помощи пипетки и груши, помещают отобранные капли на стекло рефрактометра (см. рис. 2, б) и определяют показатель преломления по указанной выше методике. После отбора пробы кубового остатка термометр 7 вновь помещают в куб 1. После этого выбирают студента, который будет считать капли, попадающие из холодильника-дефлегматора 4 обратно в колонну (L), студента, который будет считать капли, попадающие из холодильника-дефлегматора 4 в пробоотборник 11, а третий студент засекает 30 с, в течении которых двое первых студентов считают капли. Выполненные измерения относят к началу процесса.

После заполнения пробоотборника 11 дистиллятом до заданного преподавателем объема он заменяется на следующий пробоотборник. Два пробоотборника заполняются без проведения измерений.

После постановки на платформу 12 четвертого пробоотборника записывается время от начала эксперимента, показания термометров 7 и 8, а затем вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления и считается количество капель L и D. Выполненные измерения относят к середине процесса.

Аналогично заполняют два пробоотборника без измерения и проводят измерения при заполнении седьмого пробоотборника и относят измерения к концу процесса.

После заполнения семи пробоотборников дистиллятом под выходную трубку холодильника дефлегматора ставят пробоотборник для сбора остатков дистиллята, электроплитку выключают и ожидают завершения подачи дистиллята. При необходимости заменяют заполнившийся пробоотборник следующим. После этого ждут еще 10 – 15 минут, пока все пары не сконденсируются и выключают подачу воды в холодильник-дефлегматор 4, перекрывая вентиль 14.

Затем из контрольных пробоотборников (№ 1, 4, 7) отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель и помещают их на предметное стекло рефрактометра. Определяют показатель преломления для каждой пробы дистиллята.

Сливают дистиллят и его остатки из всех пробоотборников в отдельную емкость и отдают ее преподавателю, наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают содержание легколетучего компонента для начала, середины и конца процесса в пробах дистиллята x_D и кубового остатка x_W по измеренным показателям преломления n_D^{20} и данным таблицы:

х, масс %	n_D^{20}	х, масс %	n_D^{20}	х, масс %	n_D^{20}
0	1,33297	40	1,35800	85	1,36471
5	1,33616	50	1,36117	90	1,36419
10	1,33962	60	1,36328	95	1,36310
15	1,34326	70	1,36455	100	1,36130
20	1,34695	75	1,36482		
30	1,35349	80	1,36589		

Для этого применяют формулу линейного интерполирования:

$$x_a = x_1 + \frac{x_2 - x_1}{n_D^{20_2} - n_D^{20_1}} (n_D^{20} - n_D^{20_1}),$$

где $n_D^{20_1}$ – значение показателя преломления, ближайшее меньшее к измеренному; $n_D^{20_2}$ – значение показателя преломления, ближайшее большее к измеренному; n_D^{20} – измеренное значение показателя преломления; x_1, x_2 – значения концентрации легколетучего компонента при показателях преломления $n_D^{20_1}, n_D^{20_2}$.

2. Пересчитывают массовые проценты легколетучего компонента в мольные для начала, середины и конца процесса:

$$x_M = \frac{\frac{x_a}{M_a}}{\frac{x_a}{M_a} + \frac{100 - x_a}{M_b}},$$

где M_a – мольная масса легколетучего компонента, равная 46 г/моль; M_b – мольная масса высококипящего компонента, равная 18 г/моль.

3. Рассчитывают флегмовое число для начала, середины и конца процесса:

$$R = \frac{L}{D},$$

где L – количество капель флегмы, которые при подсчете попали обратно в колонну, кап; D – количество капель флегмы, которые при подсчете попали в пробоотборник, кап;

4. Выводят уравнение рабочей линии для верхней части колонны для начала, середины и конца процесса на основании следующего уравнения:

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x + \frac{x_D}{R+1} = A \cdot x + B$$

5. Строят на отдельных листах три диаграммы равновесия исследуемой системы на основании данных таблицы:

x_M , мол. %	y_M , мол. %	t , °C	x_M , мол. %	y_M , мол. %	t , °C
0,00	0,00	100,0	20,6	53,0	83,4
1.18	11,3	96,9	25,5	55,2	82,3
2.22	18,6	94,8	32,1	58,6	81,4
3.02	23,1	93,5	34,5	59,1	81,2
3.31	24,8	92,9	40,5	61,4	80,9
5.19	31,8	90,5	44,9	63,3	80,2
5.30	31,4	90,5	50,6	66,1	80,0
6.25	33,9	89,4	54,5	67,3	79,5
7.15	36,2	88,6	66,3	73,3	78,8
8.71	40,6	87,2	73,5	77,6	78,5
12.6	46,8	85,4	80,4	81,5	78,4
14.3	48,4	84,5	91,7	90,6	78,3
17.2	50,5	84,0	100,0	100,0	78,3

6. На первой диаграмме строят линию рабочих концентраций для начала процесса по следующей методике (см. рис. 5):

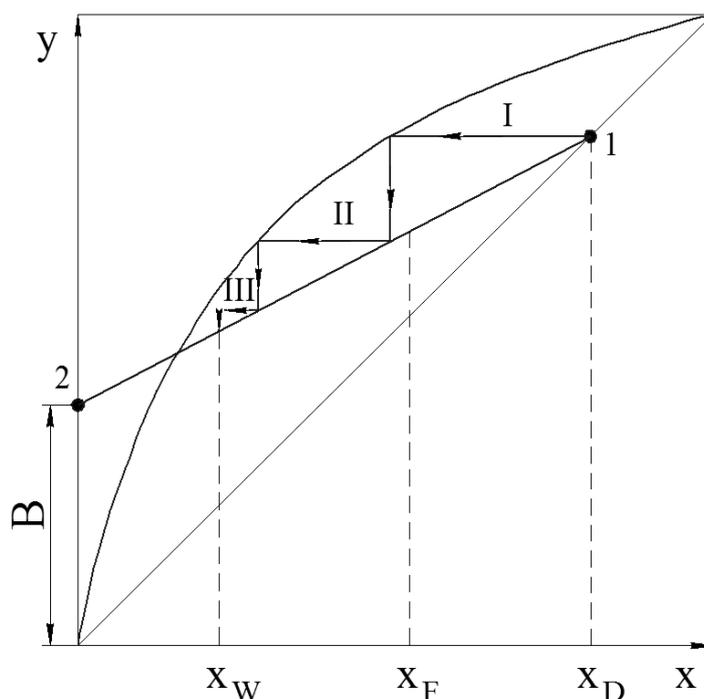


Рис. 5. Построения на диаграмме равновесия

Отмечают на горизонтальной оси содержание легколетучего компонента в исходной смеси, в дистилляте и в кубовом остатке. Затем из точки, соответствующей x_D , проводят линию до пересечения с диагональю и получают точку 1. На вертикальной оси отмечают отрезок, соответствующий значению величины B из уравнения рабочей линии и получают точку 2. Через точки 1 и 2 проводят линию – это и будет линия рабочих концентраций.

7. Определяют число теоретических ступеней изменения концентраций по фазовой диаграмме для начала процесса (см. рис. 5). Для этого из точки один проводят линию до пересечения с линией равновесия, от точки пересечения ведут линию вниз до пересечения с линией рабочих концентраций, затем вновь ведут линию до линии равновесия. Так ведут линию, пока она не пересечет перпендикуляр, проведенный из точки, соответствующей x_W . Эти построения показаны на рис. 3 стрелками. Затем считают количество получившихся ступенек (равно 3 для рис. 3) – при этом ступеньки до перпендикуляра, соответствующего x_F , относят к верхней части колонны, а после – к нижней части.

8. Аналогичным образом проводят построения и определяют число теоретических ступеней изменения концентрации для середины и конца процесса.

9. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Концентрация исходного раствора, %	Степень заполнения пробоотборников	Вариант	Концентрация исходного раствора, %	Степень заполнения пробоотборников
1	60	наполовину	4	65	целиком
2	70	целиком	5	75	наполовину
3	80	наполовину	6	85	целиком

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Что называют дефлегмацией, как и для каких целей она проводится?
2. Что называют флегмовым числом, как оно определяется?
3. Что называют уравнениями рабочих линий, что они характеризуют?
4. Как определяют число теоретических ступеней изменения концентраций?
5. На какие две части условно делят ректификационную колонну? В чем особенность каждой из них?
6. Напишите и объясните материальный баланс для верхней части ректификационной колонны.
7. Напишите и объясните материальный баланс для нижней части ректификационной колонны.
8. Напишите и объясните тепловой баланс ректификации.

Данная работы проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 6.

Перед началом работы проверяется положение весов на вертикальность. Для этого необходимо, чтобы острый конец маятника 9 совпадал с острием вершины в основании весов 2 под ним. Если совпадение составляет более 2 – 3 градусов, то об это сообщается преподавателю и неисправность устраняется. Также проверяется, чтобы тросик 3 проходил через центр отверстия в основании весов 10, в подставке и в сушильном шкафу, не касаясь стенок. В ином случае выравнивают положение весов на подставке. Кроме того, проверяют наличие термометра 5 в камере сушильного шкафа 1.

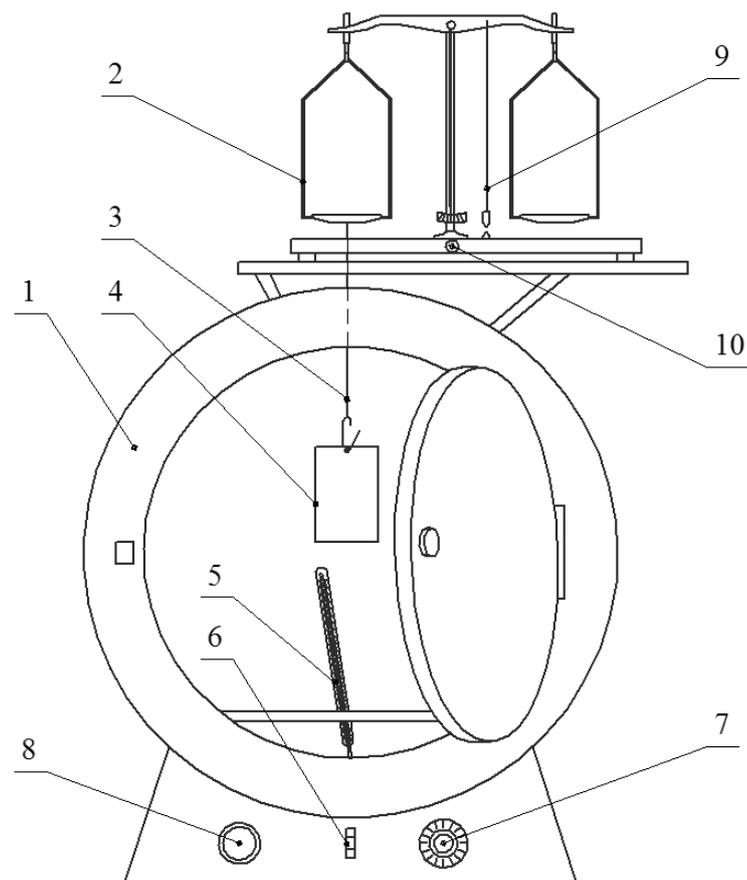


Рис. 6. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Исследование влияния температурного режима на процесс конвективной сушки»: 1 – сушильный шкаф; 2 – технические весы; 3 – тросик; 4 – высушиваемый образец; 5 – термометр; 6 – выключатель; 7 – регулятор нагрева; 8 – индикаторная лампа; 9 – балансир выверки; 10 – фиксатор

Затем включают сушильный шкаф 1 в сеть и нажимают на выключатель 6. При этом должна включиться индикаторная лампочка 8, что означает начало нагрева. В ином случае о неисправности сообщается преподавателю, и она устраняется.

Если установка работает исправно, то при необходимости выставляют регулятором 7 интенсивность и величину нагрева, а после примерно через каждые 5-10 минут открывают дверцу сушильного шкафа и проверяют температуру внутри камеры. В это же время поворачивают фиксатор 10, высвобождая коромысло весов, и уравнивают чаши весов, помещая на правую специальные грузики.

Когда температура будет примерно на 10-20 °С меньше заданной преподавателем, берут образец 4 и помещают его в специальную емкость с водой таким образом, чтобы он целиком оказался в воде. Образец насыщают водой в течении 2-3 минут. Затем образец вынимают и стряхивают с него воду. После чего образец взвешивают на лабораторных весах и подвешивают на крючке тросика 3 внутри камеры сушильного шкафа 1. При этом записывают температуру внутри камеры сушильного шкафа 1. После закрытия дверцы включают секундомер и добавляют грузики на правую чашу весов 2 до выравнивания.

По мере высушивания образец становится легче и весы отклоняются от равновесия. Каждый раз при отклонении весов необходимо снимать грузики с правой чаши для выравнивания. Через каждые 2 минуты взвешивается общая масса снятых грузиков, которая будет равна массе влаги, испаренной из образца к этому моменту.

Эксперимент проводят до тех пор, пока в течении 6 минут весы не будут отклоняться от состояния равновесия. После этого нажимают на включатель 6 и выключают нагрев, отключают сушильный шкаф 1 от сети. Открывают дверцу и записывают температуру внутри камеры сушильного шкафа 1. При помощи тряпки осторожно снимают образец с крючка тросика 3 и взвешивают. Затем убирают все грузики и фиксируют коромысло весов при помощи фиксатора 10.

Наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают среднюю температуру сушки:

$$t_{\text{ср}} = \frac{t_1 + t_2}{2}$$

где t_1, t_2 – температуры внутри камеры сушильного шкафа при подвешивании и снятии образца, °С.

2. Определяют начальную абсолютную $U_{\text{н.абс}}$ и относительную $U_{\text{н.отн}}$ влажности материала:

$$U_{\text{н.абс}} = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{сух}}}{m_{\text{сух}}}; \quad U_{\text{н.отн}} = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{сух}}}{m_{\text{вл}}},$$

где $m_{\text{вл}}$ – масса влажного материала, равная массе образца после насыщения водой, г;
 $m_{\text{сух}}$ – масса сухого материала, равная массе высушенного образца, г.

Дальнейший расчет ведут по виду влажности, заданному преподавателем.

3. Рассчитывают влажность материала для каждого замера времени (текущие влажности):

$$U_i = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{исп}(i)} - m_{\text{сух}}}{m_{\text{сух}}} \quad \text{или} \quad U_i = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{исп}(i)} - m_{\text{сух}}}{m_{\text{вл}}},$$

где U_i – влажность материала для i -го измерения; $m_{\text{исп}(i)}$ – масса влаги, испарившейся к i -му измерению.

4. По полученным значениям строят кривую сушки (см. рис. 7)

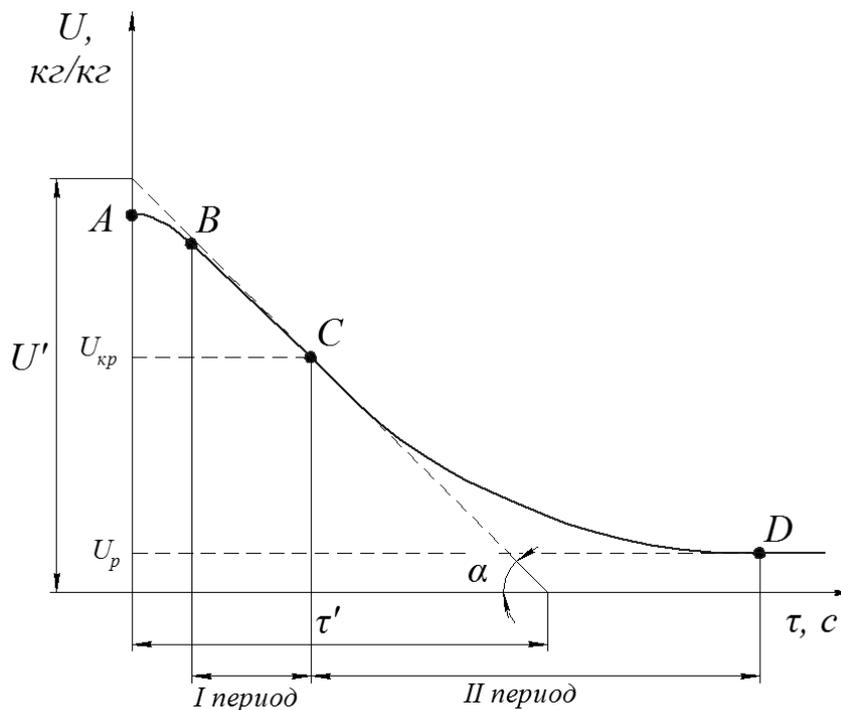


Рис. 7. Кривая сушки

5. Строят касательную к точке C, начиная с которой кривая сушки перестает прямолинейно снижаться. Определяют скорость сушки для этой точки:

$$v = \operatorname{tg} \alpha = \frac{U'}{\tau'},$$

где α – угол наклона касательной к горизонтальной оси; U' , τ' – отрезки, отсекаемые касательной на осях (см. рис. 7).

Аналогичным образом находят скорость v' в точке B, начиная с которой кривая сушки переходит на прямолинейно снижающийся участок.

6. По значениям скоростей сушки в точках B, C и значениям начальной и конечной влажностей строят кривую скорости сушки (см. рис. 8).

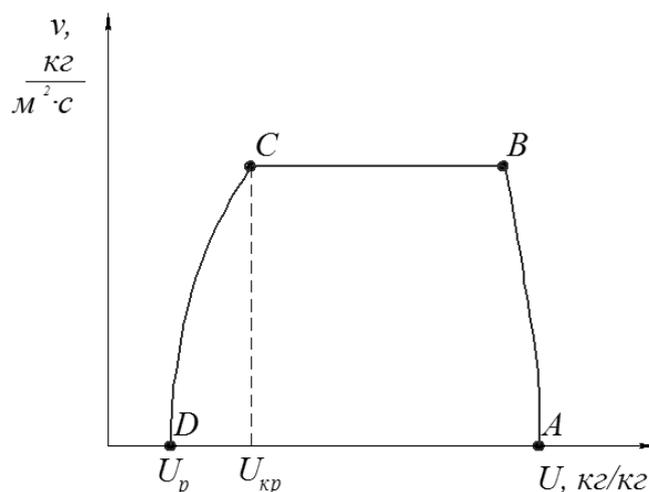


Рис. 8. Кривая скорости сушки

7. По рисункам 4 и 5 находят значения критической $U_{кр}$ и равновесной U_p влажностей материала.

8. Рассчитывают коэффициент массопередачи:

$$K_c = \frac{v_1}{U_{кр} - U_p}$$

9. Определяют расчетные продолжительности первого и второго периодов сушки:

$$\tau_1 = \frac{(U_n - U_{кр})}{v}; \quad \tau_2 = \frac{(U_{кр} - U_p)}{v} \cdot \ln \left(\frac{U_{кр} - U_p}{U_k - U_p} \right)$$

10. Определяют расчетную продолжительность сушки:

$$\tau_{расч} = \tau_1 + \tau_2$$

10. Заносят расчетные данные в таблицу:

Параметр сушки	Значение
Начальное влагосодержание U_n , кг/кг	
Критическое влагосодержание $U_{кр}$, кг/кг	
Конечное (равновесное) влагосодержание U_n , кг/кг	
Скорость сушки в 1-м периоде v , кг/(м ² ·с)	
Коэффициент массопередачи, кг/(м ² ·с)	
Экспериментальная продолжительность сушки $\tau_{эксп}$, с	
Расчетная продолжительность сушки $\tau_{расч}$, с	

11. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Температура сушки	Вид влажности для расчета	Вариант	Температура сушки	Вид влажности для расчета
1	105	абсолютная	4	105	относительная
2	110	относительная	5	110	абсолютная
3	115	абсолютная	6	115	относительная

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Для каких целей проводят сушку? Какие способы сушки Вы знаете?
2. В чем особенность конвективной сушки?
3. Что является движущей силой сушки?
4. Из каких периодов состоит процесс сушки? Чем они характеризуются?
5. Как изменяется температура материала в процессе высушивания?
6. Что называют температурой мокрого термометра?
7. Какие есть формы связи влаги с материалом? В чем их особенности?
8. Можно ли высушить материал до нулевой влажности и почему?

Список литературы

1. Романков П.Г. и др. Массообменные процессы химической технологии: Учеб. пособие. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2011. - 440 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081949.html>);

2. Кудинов А.А. Тепломассообмен: Учеб. пособие - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 375 с (доступ по интернет-ссылке <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=463148>);

3. Разинов А.И., Суханов П.П. Процессы массопереноса с участием твердой фазы: учебное пособие - Казань: издательство КНИТУ, 2012. - 96 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/knitu-0004.html>);

4. Фролов В.Ф. Лекции по курсу "Процессы и аппараты химической технологии". - 2-е изд., истр. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2008. - 608 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081581.html>).

Лабораторная работа 5. Исследование массообмена в системе «газ – твердое тело»

Цель выполнения лабораторной работы

1. Определить показатели массообмена при конвективной сушке;
2. Определить коэффициент массоотдачи и поток вещества.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студентам не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

Время от начала сушки, с	Масса испарившейся влаги, г
...	...

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работы проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 9.

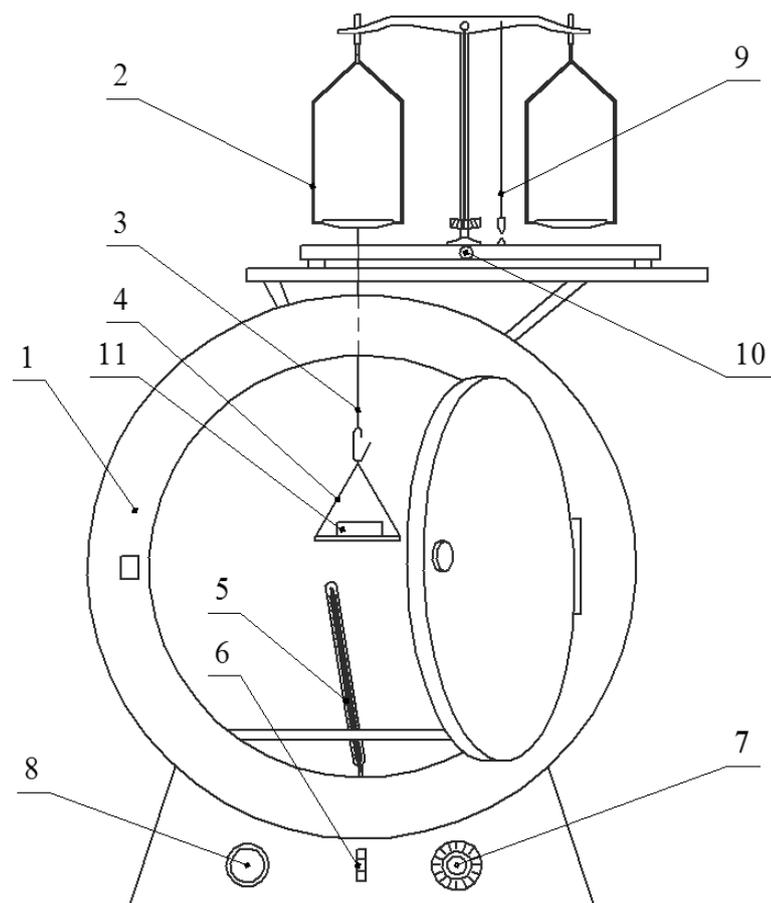


Рис. 9. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Исследование массо-обмена в системе «газ – твердое тело»: 1 – сушильный шкаф; 2 – технические весы; 3 – тросик; 4 – высушиваемый образец; 5 – термометр; 6 – включатель; 7 – регулятор нагрева; 8 – индикаторная лампа; 9 – балансир выверки; 10 – фиксатор; 11 - образец

Проверка рабочего состояния установки и методика проведения эксперимента аналогичны предыдущей работе. Различие состоит в том, что в данной работе образец представляет собой керамический цилиндр малой высоты 11, который помещается на специальной подвеске 4, прикрепляемой к крючку тросика 3. Перед проведением эксперимента измеряют диаметр образца при помощи штангенциркуля или линейки.

После проведения эксперимента наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают среднюю температуру сушки:

$$t_{\text{cp}} = \frac{t_1 + t_2}{2}$$

где t_1, t_2 – температуры внутри камеры сушильного шкафа при подвешивании и снятии образца, °С.

2. Определяют начальную относительную влажность материала:

$$U_{н.отн} = \frac{m_{вл} - m_{сух}}{m_{вл}},$$

где $m_{вл}$ – масса влажного материала, равная массе образца после насыщения водой, г;
 $m_{сух}$ – масса сухого материала, равная массе высушенного образца, г.

3. Рассчитывают влажность материала для каждого замера времени (текущие влажности):

$$U_i = \frac{m_{вл} - m_{исп(i)} - m_{сух}}{m_{вл}},$$

где U_i – влажность материала для i -го измерения; $m_{исп(i)}$ – масса влаги, испарившейся к i -му измерению.

4. По полученным значениям строят кривую сушки (см. рис. 7)

5. Строят касательную к точке С, начиная с которой кривая сушки перестает прямолинейно снижаться. Определяют скорость сушки для этой точки:

$$v = \operatorname{tg}\alpha = \frac{U'}{\tau'},$$

где α – угол наклона касательной к горизонтальной оси; U' , τ' – отрезки, отсекаемые касательной на осях (см. рис. 7).

6. Аналогичным образом находят скорость v' в точке В, начиная с которой кривая сушки переходит на прямолинейно снижающийся участок. Рассчитывают среднее значение скорости сушки:

$$v_{ср} = \frac{v + v'}{2}$$

7. Принимая, что сушка происходит при атмосферном давлении, рассчитывают плотность водяного пара в начале и в конце сушки:

$$\rho_{п1} = \frac{18}{22,4} \cdot \frac{273}{t_1 + 273}; \quad \rho_{п2} = \frac{18}{22,4} \cdot \frac{273}{t_2 + 273}$$

8. Рассчитывают плотность насыщенного водяного пара в начале и в конце сушки по данным следующей таблицы:

t, °C	99,1	104,2	108,7	112,7	116,3	119,6	132,9	142,9
$\rho_{нп}$, кг/м ³	0,5790	0,6865	0,7931	0,898	1,003	1,107	1,618	2,120

Для этого применяют формулу линейного интерполирования:

$$\rho_{нп} = \rho_{нп1} + \frac{\rho_{нп2} - \rho_{нп1}}{t'_2 - t'_1} (t - t'_1),$$

где t'_1 – температура, ближайшая меньшая к измеренной; t'_2 – температура, ближайшая большая к измеренной; t – измеренное значение температуры; $\rho_{нп1}$, $\rho_{нп2}$ – плотности насыщенного водяного пара при температурах t'_1 , t'_2 .

9. Определяют относительную влажность воздуха в начале и в конце сушки:

$$\varphi = \frac{\rho}{\rho_{нп}}$$

10. По диаграмме состояния влажного воздуха (см. рис. 10) определяют влагосодержание воздуха в начале и в конце сушки через значения температуры и относительной влажности воздуха.

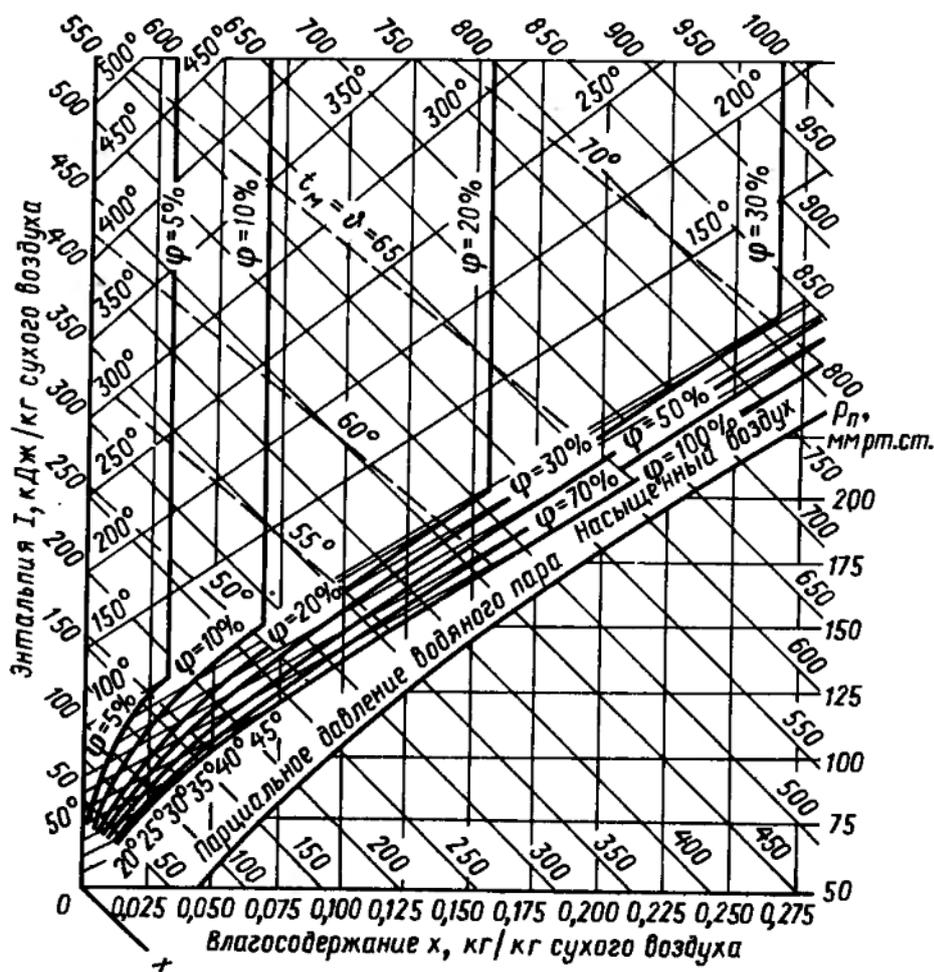


Рис. 10. Диаграмма состояния влажного воздуха

11. Рассчитывают парциальные давления водяного пара в воздухе сушильной камеры $p_{п1}$ и над поверхностью материала $p_{п2}$:

$$p_{п1} = \frac{p_0}{\frac{18}{22,4} \cdot x_1 + 1}; \quad p_{п2} = \frac{p_0}{\frac{18}{22,4} \cdot x_2 + 1}$$

12. Определяют площадь образца:

$$F = \frac{\pi \cdot d^2}{4},$$

где d – диаметр образца, м.

13. Рассчитывают удельную поверхность испарения:

$$f = \frac{F}{m_c}$$

14. Рассчитывают экспериментальное значение коэффициента массоотдачи:

$$\beta = \frac{v_{cp}}{(p_{n2} - p_{n1}) \cdot f} = \frac{v_{cp}}{\Delta p_n \cdot f}$$

15. Рассчитывают поток вещества:

$$M = \beta \cdot F \cdot \tau \cdot \Delta p_n,$$

где τ – продолжительность сушки, с.

16. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Температура сушки	Вариант	Температура сушки
1	105	4	120
2	110	5	125
3	115	6	130

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Какие виды распространения вещества Вы знаете? В чем их особенности?
2. Какие закономерности, характеризуют конвективную диффузию?
3. В чем физический смысл коэффициента массоотдачи?
4. В чем особенности диффузии через непористые и капиллярно-пористые твердые тела?
5. Дайте определения величинам, характеризующим влажность материала и воздуха?
6. Для чего и как применяется диаграмма состояния влажного воздуха?
7. Что называют энтальпией? Как меняется энтальпия материал и воздуха при сушке?
8. Как на процесс сушки влияют парциальное и атмосферное давления?

Список литературы

1. Романков П.Г. и др. Массообменные процессы химической технологии: Учеб. пособие. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2011. - 440 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081949.html>);
2. Кудинов А.А. Тепломассообмен: Учеб. пособие - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 375 с (доступ по интернет-ссылке <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=463148>);
3. Разинов А.И., Суханов П.П. Процессы массопереноса с участием твердой фазы: учебное пособие - Казань: издательство КНИТУ, 2012. - 96 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/knitu-0004.html>);
4. Фролов В.Ф. Лекции по курсу "Процессы и аппараты химической технологии". - 2-е изд., истр. - СПб.: ХИМИЗДАТ, 2008. - 608 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785938081581.html>).