

吸收 内径为 100 毫米的吸收塔和解吸塔，吸收塔内装**金属丝网规整填料**，解吸塔内装**陶瓷矩鞍环填料**。物系是**水-空气-CO₂**，空气由漩涡气泵送出后，用转子流量计测其流量；CO₂气由 CO₂钢瓶供应，经转子流量计测量其流量；贫液罐的水由贫液泵打出，经转子流量计测其流量，从吸收塔顶喷淋至吸收塔填料层与自下而上的含 CO₂空气进行吸收过程，溶液由塔底经液封管流入富液罐，经吸收后的尾气由塔顶排出。富液罐的水由富液泵打出，经转子流量计测其流量，从解吸塔顶喷淋至填料层与自下而上的空气进行解吸过程，溶液由塔底经液封管流入贫液罐，解收后的尾气由塔顶排出。

填料层压力降 ΔP 与空塔气速 u 的关系：气体通过干填料层时（喷淋密度 $L=0$ ），其压力降 ΔP 与空塔气速 u 如图直线所示（斜率约为 1.8），与气体以湍流方式通过管道时 ΔP 与 u 的关系相仿。当气速在 L 点以下时，在一定喷淋密度下，由于持液量增加而使空隙率减小，使得填料层的压降随之增加，又由于此时气体对液膜的流动无明显影响，在一定喷淋密度下，持液量不随气速变化，故其 $\Delta P \sim u$ 关系与干填料相仿。在一定喷淋密度下，气速增大至一定程度时，随气速增大，液膜增厚，即出现**“拦液状态”**（ L 点以上），此时气体通过填料层的流动阻力剧增；若气速继续加大，喷淋液的下流严重受阻，使极具的液体从填料表面扩展到整个填料层空间，谓之**“液泛状态”**（ F 点以上），此时气体的流动阻力急剧增加。 F 点即为泛点，与之相对应的气速 u 称为泛点气速。原料塔在液泛状态下操作，气液接触面积可达最大，其传质效率最高。但操作最不稳定，通常**实际操作气速取泛点气速的 60%~80%**。

测定 $\Delta P \sim u$ ：1. 在水喷淋密度为零的情况下，启动风机，由小到大调节空气流量，记录不同空气流量下的实验数据。（解吸塔同理）2. 开启水泵，调节水调节阀，水进入填料吸收塔润湿物料。将水流量调至设定值，由小到大调节空气流量（需预先合理分配流量），记录不同空气流量下的实验数据，同时观察塔内现象（液泛），获得在该水流量下的液泛气速（液泛点）。（解吸塔同理）

吸收解吸实验-测定体积吸收系数

1. 开启吸收塔及解吸塔的水调节阀，将水喷淋密度调至设定值。2. 启动吸收塔及解吸塔的风机，调节流量使空气转子流量计示数稳定在设定值。3. 调节 CO₂ 转子流量计的流量，使其读数稳定在设定值。**塔釜要保持有一定的液位，防止气体从塔底流出**。4. 在操作稳定后（空气、CO₂ 气和水流量的稳定），记录各流量计，温度计、压力计、U 形差压计的读数及气相浓度分析值。5. 改变操作条件，重复步骤 4。6. 实验完毕，按序关闭 CO₂ 转子流量计，空气和水转子流量计，风机电源开关，清理实验仪器。

1. 测定体积吸收系数及 $\Delta P \sim u$ 有什么实际意义？

体积吸收系数的本质是吸收塔的体积传质系数，用于计算吸收塔的传质效率、传质单元数等实用数据，进而求取完成传质所需的填料层高度、吸收剂用量等设计与操作参数，具有实际应用意义。测定 $\Delta P \sim u$ 关系能够确定调料塔的载点和液泛点，用于**确定合适的空塔气速的数值范围**。

2. 实验时，如何确定水、CO₂、空气的流量？实验中的水、CO₂、空气的流量需要校正。实验中通过读取各自的转子流量计进行读数从而确定水、氨气、空气的流量，并且根据实验时的压强和温度，在实验数据处理中进行校正。

空塔气速 $u = \frac{V'}{\Omega}$ **气体流量计校正** $Q_S = Q_N \sqrt{\frac{p_0 T_S}{p_S T_0}}$ ， $P_0 = 1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$ ， $T_0 = 293 \text{ K}$

CO₂ 的吸收量 $G_{CO_2} = V(Y_1 - Y_2) = L(X_1 - X_2)$ **相平衡常数** $m = \frac{E}{P}$

液相对数平均浓度差 $\Delta X_m = \frac{\Delta X_1 - \Delta X_2}{\ln \frac{\Delta X_1}{\Delta X_2}}$ $\Delta X_1 = \frac{Y_1}{m} - X_1$ **体积吸收系数** $K_x a = \frac{L(X_1 - X_2)}{\Omega \cdot Z \Delta X_m}$

精馏

实验设备采用内径为 70mm 的筛板塔，共 16 块塔板（不包括塔釜），塔体采用不锈钢管组成，有二个玻璃塔节供观察塔板上的气液两相流动情况，塔顶采用全凝器，塔釜采用电加热。

精馏是利用液体混合物中**各组分的挥发度不同**进行分离的单元操作。精馏过程中，塔釜产生的上升蒸汽与从塔顶下降的下降液逐级接触进行传热和传质，下降液经过多次部分气化，重组分含量逐渐增加，上升蒸汽经多次部分冷凝，轻组分含量逐渐增加，从而使混合物达到一定程度的分离。板式精馏塔是实现此过程的一种设备，其中的塔板为气液两相的接触提供了场所。

实验准备 1. 配置乙醇质量分数为 10~20% 的乙醇-水溶液 30 升左右加入原料罐中，直至液面高度在液位计高度的 1/2 处左右。2. 开启仪表面板总电源，查看仪表面板上各仪表数字显示是否处于正常，在触摸屏界面上进入计算机“精馏实验”程序控制界面。3. 全开原料泵的旁路阀、回流泵的旁路阀、采出泵旁路阀、塔顶产品罐气体放空阀、塔底残液罐气体放空阀处于全开，其余阀门全部关闭。4. 向精馏塔的再沸器灌料。首先打开塔釜再沸器的气体放空阀，在控制软件启动进料齿轮泵 P101，缓慢打开再沸器进料阀门向塔内再沸器加料，同时关闭原料泵的旁路阀，加快进料速度。当塔釜再沸器液位计的液位显示高度达预定处时，为保护进料泵，先打开放路阀，再停止进料泵，关闭再沸器进料阀门和

放空阀。

全回流操作 1. 打开塔顶冷凝器冷却水进口阀，调节流量计 FI105 至适宜流量 200~300L/h。2. 对再沸器内液体进行加热。在控制软件上启动再沸器加热键，在触摸屏流程图中找到精馏塔釜，点击 EV101，输入加热功率 3kw。3. 当回流罐 V103 有冷凝液后，为防止淹塔，调节再沸器加热电压进行全回流。4. 当回流罐有一定的积液高度后，启动回流泵 P102，通过阀调节流量计 FI102 转子至适宜高度，使回流罐 V103 液位 LV101 基本保持稳定。5. 观察再沸器加热电压、回流罐液位、回流量、塔内压力、各温度分布情况等，待塔操作稳定后，记录相关数据。并读取塔底和塔顶样品组成的在线检测数据。6. 塔底塔顶样品取样。可在塔釜再沸器左侧取样口 AI101 处取塔底样品，在取样口 AI102 取塔顶样品，用密度计分析样品组成，对比近红外在线检测的结果。

部分回流操作 1. 首先确定进料位置，开启相应塔板的进料阀。启动进料泵 P101，通过调节 P101 的旁路阀和流量计 FI101 调节阀，达到实验期望的进料量（最大流量不应超过流量计量程）。2. 保持塔釜再沸器加热功率稳定，通过阀调节 FI102 至适宜的回流量。3. 启动塔顶产品采出泵 P4003，通过调节 P1003 的旁路阀和流量计 FI103 的调节阀，调节至适宜的塔顶产品采出量，并保持回流罐 V103 的液位基本稳定。4. 打开塔釜再沸器出料阀，调节塔底残液流量计 FI104 流量读数至适宜高度，保持再沸器液位 LV102 基本稳定。5. 当连续精馏处于稳定时，记录加热电压、塔内温度、塔压降、进料量、回流量、塔顶产品出料量和塔釜残液出料量等相关数据，并读取塔顶和塔釜产品的组成等有关数据。6. 连续精馏操作稳定后，在塔釜再沸器左侧取样口 AI401 处取塔底样品，在取样口 AI402 取塔顶样品，分析塔底和塔顶样品的组成，对比近红外在线检测的结果。

影响精馏操作稳定的因素？维持塔稳定操作应注意哪些操作？如何判断塔的操作已达到稳定？

影响因素有：温度、操作压力、进料量、进料组成、进料状态、进料位置回流比、塔顶和塔底采出量、冷却水流量、再沸器加热功率等。**维持稳定操作**应注意保持回流比不变及塔顶塔底采出量相对稳定，使回流罐和塔釜中液位维持稳定，同时注意进料条件和再沸器功率的调节。**注意**观察回流液浓度变化，当回流液浓度基本稳定，即可认为塔的操作达到稳定。

在全回流条件下，改变加热功率对塔的分离效果有何影响？

在全回流时，提高加热功率，塔内气流量增大，塔板分离负荷增大，导致分离效果变差；降低加热功率，塔内气流量减小，塔内气液流速过小，湍动程度变差，从而导致气液接触不充分，因此传质变差，分离效果变差。

塔顶冷回流对塔内回流量有何影响？如何校正？

塔顶冷液回流时，回流液的温度低于塔顶的蒸气温度，部分蒸汽将一部分热量传递给回流液后液化，即内回流的部分，从而增大了回流量。需按下式校正： $L = L_0 \left[1 + \frac{c_{pD}(t_D - t_R)}{r_D} \right]$

用转子流量计来测定乙醇水溶液流量，计算时应怎样校正？

对于测液体的转子流量计，因为其上面的刻度是根据 20℃ 水的流量来标定的，测量乙醇-水流量需要进行密度校正： $V' = \frac{\rho(\rho_f - \rho')}{\rho'(\rho_f - \rho)}$ ； V' ， ρ' 为实际被测流体流量、密度， V ， ρ 为标定用流体流量、密度， ρ_f 为转子密度。

萃取

转盘萃取塔，塔体是内径为 50mm 玻璃管，塔顶电机连接转轴，转轴上固定有圆盘，塔釜固定有圆环，圆环与圆盘交错布置。**脉冲萃取塔**，塔体是内径为 50mm 玻璃管，内装不锈钢丝网填料。

萃取是**分离和提纯**物质的重要单元操作之一，是利用混合物中各个组分在外加溶剂中的**溶解度的差异**而实现组分分离的单元操作。进行液-液萃取操作时，两种液体在塔内作逆流流动，其中一液体作为分散相，以液滴的形式通过另一作为连续相的液体，两种液相浓度在设备内作微分式的连续变化，并依靠密度差在塔的两端实现两液相的间的分离。当轻相作为分散相时，相界面出现在塔的上部；反之相界面出现在塔的下端。本实验以轻相为分散相，相界面出现在塔的上部。计算微分逆流萃取塔的高时，主要是采取**传质单元法**。即以传质单元数和传质单元高度来表征，传质单元数表示过程分离程度的难易，传质单元高度表示设备传质性能的好坏。

转盘萃取塔 1. 原料液储槽内为煤油-苯甲酸溶液。2. 将萃取剂（蒸馏水）加入萃取剂贮槽中。3. 启动萃取剂输送泵，调节流量，先向塔内加入萃取剂，充满全塔，并调至所需流量。4. 启动原料液输送泵，调节流量。在实验过程中保持流量不变，并通过调节萃取液出口阀门，使油、水相分界面控制在萃取剂进口与萃余液出口之间。5. 水在萃取塔内流动约 5min 后，开启分散相-油相管路，调节两相流量 5~10L/h，等待分散相在塔顶凝聚一定厚度的液层后，再通过调节连续相（水相）出口阀，以保持安静区两相分界面的恒定；6. 每次实验稳定时间约 30 分钟，然后打开取样阀取样并分析，利用 NaOH 标准液中和滴定法通过电位突变和指示剂颜色变化测定原料液及萃余液的组成，利用光谱分析法测量样品中苯甲酸浓度。7. 调节转盘轴转速的大小，取 100~600 转/分，重复上述实验。

脉冲萃取塔 3. 启动萃取剂输送泵，调节流量，先向塔内加入萃取剂，充满全塔，并调至所需流量。4. 启动原料液输送泵，调节流量。在实验过程中保持流量不变，并通过调节萃余液出口阀门，使油、水

相分界面稳定在萃取液进口与萃余液出口之间。5. 调节两相流量在 100~200ml/min，每次实验稳定时间约 30 分钟，然后打开取样阀取样，用 NaOH 标准液中和滴定测定原料液及萃余液的组成，记录脉冲参数，利用光谱分析法测量样品中苯甲酸浓度。启动脉冲泵，设定所需脉冲频率（或周期），重复上述实验。

请分析比较萃取实验装置与吸收、精馏实验装置的异同点？

相同点：三套装置都是应用于传质过程，且传质原理基本一致；均为塔式结构。

不同点：萃取过程一般为液-液传质过程，所采用的装置亦为液-液传质装置，而吸收和精馏大多为气-液传质过程，所采用的装置亦为气-液传质装置；相较于一般吸收、萃取的常温操作，精馏一般需要在高温下操作，能耗较大；吸收和萃取装置存在两个进料口，通常情况上下各一个，对于吸收装置，气相从塔底进入，液相从塔顶流下；萃取时重相从塔顶流下，轻相从塔底进入，而精馏塔通常仅有一个进料口，常位于塔的侧面或顶面。

本萃取实验装置的是如何调节外加能量和测量的？从实验结果分析转盘转速变化或脉冲参数变化对萃取传质系数与萃取率的影响。

转盘塔：能量传递方式：在转盘塔中，外加能量是通过电机带动转盘提供的，转盘通过搅动反应液将能量传递到萃取过程中；**转速变化对萃取传质系数和萃取率的影响：**提供搅拌能有效提高萃取传质系数和萃取率，在搅拌过程中，液体的湍动程度增大，原料与萃取液接触、碰撞的机会增大，从而使得接触更加充分，传质面增大且不断更新，从而实现强化萃取传质的目的。

脉冲塔：能量传递方式：在设定脉冲频率下，通过改变脉冲泵的脉冲幅度推拉塔内液体进行能量的传递；**脉冲频率、幅度变化对萃取传质系数和萃取率的影响：**引入脉冲，即提供了外加能量，该部分能量通过传递给塔内液体，能提高体积传质系数 K_{YV} 、传质单元数 N_{OE} 、萃取率 η 并降低传质单元高度 H_{OE} ，即有利于提高萃取传质系数和萃取率。增大脉冲频率或幅度时，使塔内流体上下运动更加剧烈，使塔内流体湍动程度变大，进而使反应液接触面更大，更新速率更大，从而进一步强化萃取传质。

测定原料液、萃取相、萃余相组成可用哪些方法？

- 1) 酸碱中和滴定法：苯甲酸呈酸性，与碱进行酸碱中和测定；
- 2) 拉曼光谱分析：通过苯甲酸特定光谱分析其含量。

萃取过程是否会发生液泛，如何判断液泛？

萃取过程中可能发生液泛。由于萃取过程中使用的塔设备长宽比一定，当原料或萃取液的流量过大时，导致从上向下流动的一相无法顺利流过塔板，进而在塔内堆积，最终导致液泛。液泛发生需要塔内液体流通不畅，当填料塔内分层界面明显快速提升，气泡量大幅提升时，液泛发生。

干燥 当湿物料与干燥介质接触时，物料表面的水分开始气化，并向周围介质传递。根据介质传递特点，干燥过程可分为两个阶段。第一阶段为**恒速干燥阶段**。干燥过程开始时，由于整个物料湿含量较大，其物料内部水分能迅速到达物料表面。此时干燥速率由物料表面水分的气化速率所控制，故此阶段称为表面气化控制阶段。这个阶段中，干燥介质传给物料的热量全部用于水分的气化，物料表面温度维持恒定（等于热空气湿球温度），物料表面的水蒸汽分压也维持恒定，干燥速率恒定不变，故称为恒速干燥阶段。第二阶段为**降速干燥阶段**。当物料干燥其水分达到临界湿含量后，便进入降速干燥阶段。此时物料中所含水分较少，水分自物料内部向表面传递的速率低于物料表面水分的气化速率，干燥速率由水分在物料内部的传递速率所控制。称为内部迁移控制阶段。随着物料湿含量逐渐减少，物料内部水分的迁移速率逐降低，干燥速率不断下降，故称为降速干燥阶段。恒速段干燥速率和临界含水量的**影响因素**主要有：**固体物料的种类和性质、固体物料层的厚度或颗粒大小、空气的温度、湿度**

和流速以及空气与固体物料间的相对运动方式等。恒速段干燥速率和临界含水量是干燥过程研究和干燥器设计的重要数据。本实验在恒定干燥条件下对帆布物料进行干燥，测绘干燥曲线和干燥速率曲线，目的是掌握恒速段干燥速率和临界含水量的测定方法及其影响因素。

$$\alpha = \frac{U_c \cdot W}{t - t_w}$$

1. 将干燥物料（帆布）放入水中浸湿，将放湿球温度计纱布的烧杯装满水。2. 调节空气进气阀到全开的位置后启动风机。3. 通过废气排出阀和废气循环阀调节空气到指定流量后，开启加热电源。在智能仪表中设定干球温度，仪表自动调节到指定的温度。4. 在空气温度、流量稳定条件下，读取重量传感器测定支架的重量并记录下来。5. 把充分浸湿的干燥物料（帆布）固定在重量传感器 W1 上并与气流平行放置。6. 在系统稳定状况下，记录干燥时间每隔 3 分钟时干燥物料减轻的重量，直至干燥物料的重量不再明显减轻为止。

7. 实验结束时，先关闭加热电源，待干球温度降至常温后关闭风机电源和总电源。一切复原。
本实验如何做到恒定干燥条件？

恒定干燥条件包括干燥介质的流量、湿度以及物料接触方式在干燥过程中保持不变。采用的方法有：保持干燥箱密闭状态、计算机控温、控流速指标不变、物料摆放相对位置保持不变且不随干燥介质流动而剧烈摇晃。

实验中空气的湿度 H 如何求得？

实验中空气湿度 H 的获得需要结合实验中平均干球温度 t 、湿球温度 t_w 以及常温下湿-湿图（ t - H 图）。首先通过根据空气湿球温度 t_w ，在 t - H 图得到对应的饱和线交点，再通过该饱和线交点沿饱和线升温方向延伸，当横坐标为平均干球温度 t 时，该点对应的湿度值即为 H 。

试分析空气流量或者温度对恒定干燥速率、临界含水量的影响。

增大空气流量，临界含水量增大，恒速干燥阶段的干燥速度增大。**增大空气流量后**，恒速干燥阶段的干燥速度增大，超过水分从物料内部到表面的速度，使得干燥过程提前进入降速阶段，因此到达临界点的时间缩短，临界含水量增大。

升高温度，恒定干燥速率增大，临界含水量增大。升高温度，使得空气和物料的温差增大，传热推动力增大，从而使得干燥速度增大，进而超过水分从物料内部到表面的速度，使得干燥过程提前进入降速阶段，因此到达临界点的时间缩短，临界含水量增大。

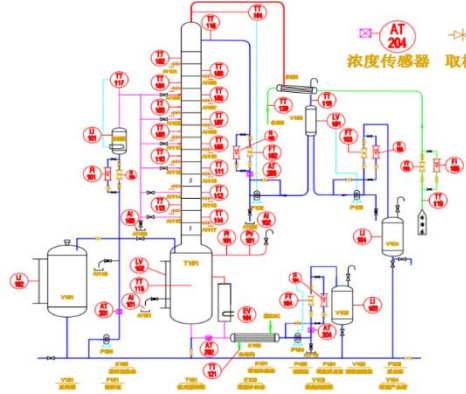
空气循环式干燥装置和废气排放式干燥装置各有什么优缺点？

空气循环式干燥装置在干燥完成后，并没有将具有较大热量的干燥尾气直接排入大气，而是循环利用，作为干燥介质再次通入预热器。适合工业化生产。**优点：**空气循环式干燥装置的热利用效率较高，充分利用了干燥后温度较高的干燥介质，从而减少了能耗；**缺点：**吸收了物料的水分，出口的干燥介质相比入口处湿度增大，若直接再次通入时会使入口空气的初始湿度较高，进行传质时，传质推动力较小，随着不断循环会导致初始浓度不断上升，最终达到饱和湿度，失去传质推动力。

废弃排放式干燥装置在干燥完成后，将干燥尾气直接排入大气，每次进料的初始气体都是低湿度的相同气体。**优点：**废弃排放式干燥装置的入口气体都是新鲜的空气，初始湿度较低，因此传质推动力大，干燥速度大；**缺点：**废弃排放式干燥装置由于将高能量的干燥尾气直接排入大气，而没有回收利用，因此需要每次将常温的新鲜空气加热到规定温度，从而导致热量利用效率低下且能耗较高。

- 注意事项:1. 重量传感器的量程为 0~200 克，精度比较高，所以在放置干燥物料时务必轻拿轻放，以免损坏或降低重量传感器的灵敏度。2. 当干燥器内有空气流过时才能开启加热装置，以避免干烧损坏加热器。3. 干燥物料要保证充分浸湿但不能有水滴滴下，否则将影响实验数据的准确性。4. 实验进行中不要改变智能仪表的设置。

1. 吸收实验中，吸收塔温度主要由**进口气体温度**决定。原因有①_____②_____③_____。
2. 计算吸收塔的平均压力需要测①塔底表压、②塔顶底压差、③大气压。
3. 萃取实验中测定浓度的两股料液分别是**原料液及萃余液**，原因是_____。
4. 精馏实验中，塔板数是 **16**，塔板类型是**筛板塔**，泵的类型是**齿轮泵**。乙醇组成的分析方法为**近红外在线检测**和**密度分析**。
5. 精馏实验中确定进料热状态 q 需要的测定**进料液乙醇摩尔浓度**和**进料液温度 t_F** ，进料平均比热容的定性温度是**进料液泡点温度**和**进料液温度**的平均值。
6. 干燥实验中，想要准确测定湿球温度需要保证**空气流量大于 5m/s** 和**温度计上的纱布保持完全湿润**。
7. 干燥特性曲线测定实验中，恒定干燥条件是指**流量、温度、湿度**以及**与物料接触方式**不变
3. 吸收尾气的湿式流量计测量的是什么值？在重复实验条件下两组数据是否越接近越合理，为什么？
4. (1) 画出精馏装置图（详细装置）；



- (2) 能否通过该装置分离得到无水乙醇，为什么；**不能，会形成共沸物**。
- (3) 全回流的特点，在工厂生产和实验研究中的应用？**回流比 R 等于无穷大；一般生产之前精馏塔都要进行全回流操作，因为刚开始精馏时，塔顶的产品还不合格，而且让气液充分接触，使精馏塔尽快稳定、平衡。**