

# 化工基础实验

山东大学化学与化工学院

二〇二二年三月

## 对学生基本要求

1. 实验前必须进行实验预习，列出书写报告所需要的原始数据表，并通过老师的检查提问，方可参加实验。
2. 试验做完后，所记录的数据经指导老师检查合格后，才可结束实验；实验若有短缺或不合理应该补全或重做。结束实验后，指导老师在原始数据表上签字。
3. 实验结束后，应将使用的仪器设备整理复原。检查水源、电源、气源等是否已确实关断，并将场地打扫干净。
4. 实验结束后，要认真撰写实验报告，报告要求独立完成，不能互相抄袭。
5. 实验报告中，要包括实验数据记录、处理与实验结果相关的图表，要有计算举例，要对实验结果进行必要的分析和讨论。

# 目 录

绪论	1
实验一 化工流体综合实验	4
实验二 气-气传热实验	16
实验三 搅拌器性能测定实验	24
实验四 吸收实验	34
实验五 板式精馏塔性能测定	45
实验六 流化床干燥实验	57
实验七 萃取塔性能测定	65
实验八 恒压过滤常数的测定	72
实验九 串联流动反应器停留时间分布的测定	78
实验十 超临界流体萃取实验(I)	83
实验十一 超临界流体萃取实验(II)	91
实验十二 间歇填料精馏柱性能的测定	97
实验十三 内循环反应器的无梯度实验	100

# 绪 论

## 一、化工基础实验的教学目的和要求

化学工程是工程技术的一个分支,是探讨化工生产过程的基本规律、并应用这些规律解决生产实际问题的专业基础学科。随着化学工业的迅速发展和化学工程学科体系的日益完善,化学工程的基础教学,在工科和理院校均日益引起了人们的重视。化学工程是建立在实验研究基础上的科学,它不仅有完整的理论体系,而且具有一些独特的实验研究方法。这是由于化工过程涉及的工程因素非常多,其对过程的影响难以从理论上解释清楚,进行定量描述。有些重要的设计或操作参数,根本无法从理论上计算,必须通过工程实验加以确定或获取。对于学习化学工程的学生,也有必要通过实验来加深对有关过程及设备的认识和理解。因此,化学工程的教学除了系统地讲授基础理论外,基础实验教学也是必不可少的实践性环节,其在化学工程教学中的作用、地位及其意义,不容忽视。

### (一) 实验教学目的

化工基础实验是整个化学工程教学的有机组成部分,但它作为一门独立的基础课程,具有其自身的教学目的和教学要求。化工基础实验课程的教学的主要目的为:

1、巩固和深化理论知识。作为一门工程学科,化学工程是用自然科学的基本原理和工程实验的方法来研究化工及相关领域的工程实际问题。化学工程基础课程中涉及到不同科学领域的理论、概念以及公式,对此学生往往难以有较深入的理解,对于各种因素的影响认识也不深刻。通过实验,深化学生对理论的理解,掌握化学工程学的实验研究方法和实验技术,了解各种公式及参数来源以及获取方法。

2、强化学生对化工过程的了解。通过实验加深对各种单元操作和工业化学反应过程的理解,使学生对化工过程相关设备及操作有直观和深刻的了解,对化工生产装置及过程控制有初步的认识。

3、从事科学研究实验的能力培养。培养学生具有从事科学实验研究和产品开发的初步能力,培养学生的工程意识、创新意识、经济技术观点和环保理念。

实验研究能力主要包括:对于过程有重要影响的工程因素的分析和判断能力;实验方案和实验流程的设计能力;进行实验操作、观察和分析实验现象的能力;正确选择和使用有关设备和测量仪表的能力;利用实验的原始数据进行数据处理以获得实验结果的能力;正确撰写实验研究报告的能力等。

只有掌握了扎实的基础理论知识,并通过一定数量的实验训练掌握各种实验技能,才能

为将来从事科学研究和解决工程实际问题打下坚实的基础。

4 培养学生科学的思维方法、严谨的科学态度和良好的科学作风。

## 二、化工基础实验教学内容

化工原理实验教学内容主要包括实验理论教学和实践教学两大部分。

### 1、实验理论教学

实验理论教学主要讲述化工原理实验的特点、化工原理实验的研究方法、实验数据采集方法、实验数据的误差分析、实验数据的处理方法、与化工原理实验有关的计算机数据采集与控制的基本知识等。

### 2 实践教学

实践教学分三个层次:演示实验、基础实验、综合型与研究型实验。分层次教学能够在有限的学时内达到教学内容覆盖面广、夯实基础理论、提高综合能力的目的。

## 三、化工基础实验教学要求

对于学生来说,化学工程基础实验是他们第一次接触到用工程装置进行实验,为了达到较好的教学效果,要求学生们必须做到以下几点:

### 1、实验前预习

化工基础实验的装置流程较为复杂,设备和测试仪表较多。要求学生在实验前必须认真阅读实验指导书,了解实验的目的、实验内容和实验原理;分析和确定需要直接测定的物理量和参数,并估计实验数据的变化规律;了解和熟悉实验的操作步骤和注意事项,包括实验所涉及的测量仪表的使用方法。在上述基础上,写出实验预习报告, **内容包括:实验目的、原理、流程装置、实验操作步骤、注意事项、实验数据记录表格。**

### 2 实验课中实际操作

(1) 进入实验室前,必须经教师考查,达到预习要求后,才能允许参加实验。

(2) 进入实验室后要对照具体的实验装置,搞清楚装置的结构和流程,包括主要设备的构造、测量仪表的功能和操作,应仔细检查设备和仪表是否完好正常,并按要求进行实验前的准备工作。准备完毕后,经指导教师检查,得到允许,才能按程序启动装置。

(3) 实验进行过程中,要认真按操作规程操作。发现设备或仪表有异常情况时,应立即按停车步骤停车并报告指导教师学生必须立即向教师报告。在配合教师处理故障时要注意了解全过程,这样做有利于提高分析问题和解决问题的能力。

(4) 操作过程中应随时观察仪表示数的变动,确保操作过程在稳定条件下进行。要仔

细观察实验现象，出现不符合规律的现象时，应注意观察研究，分析其原因。要等待过程稳定（仪表示数稳定）方可记录实验数据，实验记录要详尽清楚。

实验结束后，要将实验设备及仪表恢复原状，周围环境整理干净，并把原始记录本交老师审阅。经教师检查批准，方可离开实验室。

#### 4、实验报告编写

实验报告是一类技术文件，是以所观察的实验现象和记录的实验数据为基础，用文字和图表表达实验结果。能将实验结果整理成为一份好的实验报告，是一种需要经过严格训练才能获得的能力。通过编写实验报告的训练，可以培养和提高学生的写作能力，为今后撰写科学论文或研究报告打好基础。

实验报告的内容应包括以下几个方面：实验目的、实验原理、装置流程和操作步骤，实验数据处理（包括计算举例）以及数据处理结果，实验得到的结论和问题讨论。

实验报告必须书写工整，要求采用 Origin 绘图 Excel 制表。

# 实验一 化工流体综合实验

## 一、实验目的

1. 了解离心泵的结构、操作方法，掌握离心泵特性曲线和管路特性曲线的测定方法，并能绘制相应曲线；
2. 了解各种流量计（节流式、转子、涡轮）的结构、性能及特点，掌握其使用方法；掌握节流式流量计标定方法，会测定并绘制文丘里、孔板、喷嘴流量计流量标定曲线（流量-压差关系）及流量系数和雷诺数（ $C_0 \sim Re$ ）之间的关系；
3. 掌握光滑直管、粗糙直管阻力系数的测量方法，并绘制光滑管及粗糙管的 $\lambda \sim Re$ 关系曲线，将其与莫狄摩擦系数图进行比较。

## 二、实验原理

### 1. 离心泵特性曲线测定

离心泵是最常见的液体输送设备。它的主要特性参数包括流量  $q_v$ 、扬程  $H$ （压头）、轴功率  $P$  及效率  $\eta$ 。在一定的转速下，扬程  $H$ 、轴功率  $P$  及效率  $\eta$  均随流量  $q_v$  而改变。通过实验测出  $H-q_v$ 、 $P-q_v$  及  $\eta-q_v$  关系，并绘制曲线表示之，称为离心泵特性曲线。特性曲线是确定泵的适宜操作条件和选用泵的重要依据。离心泵特性曲线的具体测定方法如下：

#### （1）扬程 $H$ 的测定：

在泵的吸入口和压出口之间列柏努利方程

$$\begin{aligned} Z_{\lambda} + \frac{P_{\lambda}}{\rho g} + \frac{u_{\lambda}^2}{2g} + H &= Z_{\text{出}} + \frac{P_{\text{出}}}{\rho g} + \frac{u_{\text{出}}^2}{2g} + H_{f\lambda-\text{出}} \\ H &= (Z_{\text{出}} - Z_{\lambda}) + \frac{P_{\text{出}} - P_{\lambda}}{\rho g} + \frac{u_{\text{出}}^2 - u_{\lambda}^2}{2g} + H_{f\lambda-\text{出}} \end{aligned} \quad (1)$$

式中： $P_{\text{出}}$ —泵出口处的压强（绝），Pa；

$P_{\lambda}$ —泵入口处的压强（绝），Pa；

$u_{\text{出}}$ —泵出口管内水的流速，m/s；

$u_{\lambda}$ —泵入口管内水的流速，m/s；

$Z_{\text{出}}-Z_{\lambda}$ —泵出、入口测压点间的距离，m。

上式中  $H_{f\lambda-\text{出}}$  ( $H_{f,\lambda-\text{出}}$ ) 是泵的吸入口和压出口之间管路的流体流动阻力损失(不包括泵体内部的流动阻力所引起的压头损失)。当所选的两截面均接近泵体时，与柏努利方程中其它项相比， $H_{f\lambda-\text{出}}$  值很小可忽略。于是上式变为：

$$H = (Z_{\text{出}} - Z_{\text{入}}) + \frac{P_{\text{出}} - P_{\text{入}}}{\rho g} + \frac{u_{\text{出}}^2 - u_{\text{入}}^2}{2g} \quad (2)$$

将测得的  $(Z_{\text{出}} - Z_{\text{入}})$  和  $P_{\text{出}} - P_{\text{入}}$  及计算所得的  $u_{\text{入}}$ 、 $u_{\text{出}}$  代入上式即可求得扬程  $H$ 。

### (2) 轴功率 $P$ 的测定:

由功率表测得的功率为电动机的输入功率。由于离心泵由电动机直接带动, 传动效率可视为 1.0, 所以电动机的输出功率等于泵的轴功率。即:

泵的轴功率  $P$  = 电动机的输出功率, kW

电动机的输出功率 = 电动机的输入功率 × 电动机的效率。

泵的轴功率 = 功率表的读数 × 电动机效率, kW。

### (3) 效率 $\eta$ 的测定

$$\eta = \frac{P_e}{P} \quad \text{其中} \quad P_e = \frac{Hq_v\rho g}{1000} \quad \text{kW} \quad (3)$$

式中:  $\eta$  — 泵的效率;

$P$  — 泵的轴功率, kW;

$P_e$  — 泵的有效功率, kW;

$H$  — 泵的扬程, m;

$q_v$  — 泵的流量,  $\text{m}^3/\text{s}$ ;

$\rho$  — 水的密度,  $\text{kg}/\text{m}^3$ 。

## 2. 管路特性曲线测定

当离心泵安装在特定的管路系统中工作时, 实际的工作压头和流量不仅与离心泵本身的性能有关, 还与管路特性有关, 也就是说, 在液体输送过程中, 泵和管路二者是相互制约的。

在一定的管路中, 泵所提供的扬程和流量必然与管路所需的扬程和流量一致。若将泵的特性曲线与管路特性曲线绘制在同一坐标图中, 两曲线交点即为泵在该管路的工作点。因此, 可通过改变泵转速来改变泵的特性曲线, 从而得出管路特性曲线。泵的扬程  $H$  计算同上。

## 3. 流量计特性测定

流体通过节流式流量计时在流量计上、下游两取压口之间产生压强差, 它与流量的关系

$$\text{为:} \quad q_v = CA_0 \sqrt{\frac{2(P_{\text{上}} - P_{\text{下}})}{\rho}} \quad (4)$$

式中:  $q_v$  — 被测流体(水)的体积流量,  $\text{m}^3/\text{s}$ ;

$C$  — 流量系数, 无因次;

$A_0$  — 流量计节流孔截面积,  $\text{m}^2$ ;



$P_{\text{上}} - P_{\text{下}}$  — 流量计上、下游两取压口之间的压强差, Pa ;

$\rho$  — 被测流体(水)的密度,  $\text{kg} / \text{m}^3$  。

用涡轮流量计和转子流量计作为标准流量计来测量流量  $q_v$ 。每一个流量在压差计上都有一对应的读数, 将压差计读数  $\Delta P$  和流量  $q_v$  绘制成一条曲线, 即流量标定曲线。同时用上式整理数据可进一步得到  $C - \text{Re}$  关系曲线。

#### 4. 直管摩擦系数 $\lambda$ 与雷诺数 $\text{Re}$ 的测定

流体在管道内流动时, 由于流体的粘性作用和涡流的影响会产生阻力。流体在直管内流动阻力的大小与管长、管径、流体流速和管道摩擦系数有关, 它们之间存在如下关系:

$$h_f = \frac{\Delta P_f}{\rho} = \lambda \frac{l}{d} \frac{u^2}{2} \quad (5)$$

$$\lambda = \frac{2d}{\rho \cdot l} \cdot \frac{\Delta P_f}{u^2} \quad (6)$$

式中:

$d$  — 管径, m ;

$\Delta P_f$  — 直管阻力引起的压强降, Pa;

$l$  — 管长, m;

$u$  — 流速,  $\text{m} / \text{s}$ ;

$\rho$  — 流体的密度,  $\text{kg} / \text{m}^3$ ;

$\mu$  — 流体的粘度,  $\text{N} \cdot \text{s} / \text{m}^2$ 。

直管摩擦系数  $\lambda$  是雷诺数  $\text{Re}$  与管壁相对粗糙度的函数, 也即  $\lambda = f(\text{Re}, \varepsilon / d)$ 。对于给定的直管管路, 管壁相对粗糙度一定, 此时  $\lambda = f(\text{Re})$ 。

$$\text{Re} = \frac{d \cdot u \cdot \rho}{\mu} \quad (7)$$

在实验装置中, 直管段管长  $l$  和管径  $d$  都已固定。若水温一定, 则水的密度  $\rho$  和粘度  $\mu$  也是定值。所以本实验实质上是测定直管段流体阻力引起的压强降  $\Delta P_f$  与流速  $u$  (流量  $q_v$ ) 之间的关系。

根据实验数据和式 (6) 可计算出不同流速下的直管摩擦系数  $\lambda$ , 用式 (7) 计算对应的  $\text{Re}$ , 从而整理出直管摩擦系数和雷诺数的关系, 绘出  $\lambda$  与  $\text{Re}$  的关系曲线。

#### 5. 局部阻力系数 $\zeta$ 的测定

$$h'_f = \frac{\Delta P'_f}{\rho} = \zeta \frac{u^2}{2} \quad (8)$$

$$\zeta = \left( \frac{2}{\rho} \right) \cdot \frac{\Delta P'_f}{u^2} \quad (9)$$

式中： $\zeta$ —局部阻力系数，无因次；

$\Delta P'_f$ —局部阻力引起的压强降，Pa；

$h'_f$ —局部阻力引起的能量损失，J / kg。

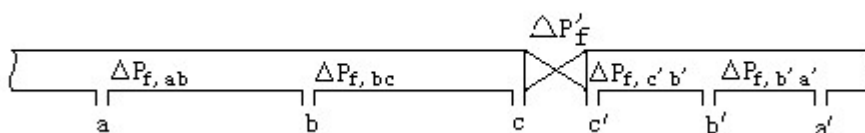


图 1-1 局部阻力测量取压口布置图

局部阻力引起的压强降  $\Delta P'_f$  的测量：在等径直管段上安装待测局部阻力的阀门，在其上、下游分别取两对测压口 a-a' 和 b-b'，见图 1-1，使

$$ab = bc ; \quad a' b' = b' c'$$

$$\text{则} \quad \Delta P_{f,ab} = \Delta P_{f,bc} ; \quad \Delta P_{f,a'b'} = \Delta P_{f,b'c'}$$

$$\text{在 } a \sim a' \text{ 之间列柏努利方程式：} P_a - P_{a'} = 2\Delta P_{f,ab} + 2\Delta P_{f,a'b'} + \Delta P'_f \quad (10)$$

$$\begin{aligned} \text{在 } b \sim b' \text{ 之间列柏努利方程式：} P_b - P_{b'} &= \Delta P_{f,bc} + \Delta P_{f,b'c'} + \Delta P'_f \\ &= \Delta P_{f,ab} + \Delta P_{f,a'b'} + \Delta P'_f \end{aligned} \quad (11)$$

联立式(10)和(11)，则：

$$\Delta P'_f = 2(P_b - P_{b'}) - (P_a - P_{a'})$$

为了实验方便，称  $(P_b - P_{b'})$  为近点压差，称  $(P_a - P_{a'})$  为远点压差，分别用差压传感器来测量。

### 三、实验装置及流程

#### 1. 实验设备流程图

流体综合实验装置流程示意图如图 1-2 所示。

#### 2. 设备的主要技术数据

- (1) 离心泵型号：WB70/055，电动机效率为 60%；
- (2) 真空表测量范围为 0.1~0 MPa，精度 1.5 级；
- (3) 压强表测量范围为 0~0.25 MPa，精度 1.5 级；

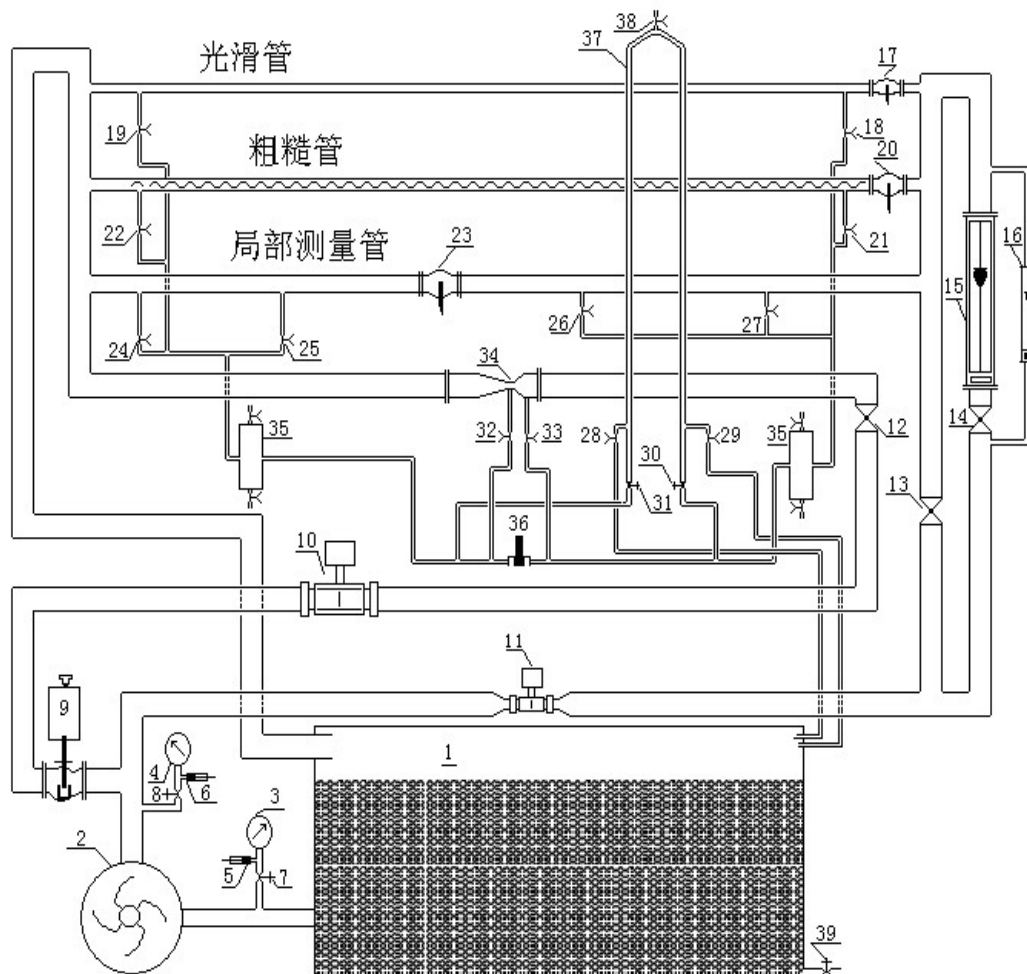


图 1-2 流体综合实验装置流程示意图

1-水箱；2-离心泵；3-真空表；4-压力表；5,6-压力传感器；7-真空表阀；8-压力表阀；9-智能阀；10-大涡轮流量计；11-小涡轮流量计；12,13-管路控制阀；14-流量调节阀；15-大转子流量计；16-小转子流量计；17-光滑管阀；18-光滑管测压进口阀；19-光滑管测压出口阀；20-粗糙管阀；21-粗糙管测压进口阀；22-粗糙管测压出口阀；23-测局部阻力阀；24-测局部阻力压力远端出口阀；25-测局部阻力压力近端出口阀；26-测局部阻力压力近端进口阀；27-测局部阻力压力远端进口阀；28,29-U型管下端放水阀；30-U型管测压进口阀；31-U型管测压出口阀；32,33-文丘里流量计测压出、进口阀；34-文丘里流量计；35-压力缓冲罐；36-压力传感器；37-倒U型管；38-U型管上端放空阀；39-水箱放水阀。

(4) 真空表与压强表测压口之间的垂直距离  $h_0=0.39\text{ m}$ ；

(5) 流量测量：

涡轮流量计

文丘里流量计，文丘里喉径：0.020 m，实验管路管径：0.043 m；

- (6) 功率表：型号 PS-139                      精度 1.0 级；
- (7) 变频器：型号：N2-401-H 规格：(0-50) Hz；
- (8) 数显温度计：501BX；
- (9) 压差传感器：  
                     型号：LXWY                      测量范围：200 Kpa；
- (10) 数显表：  
                     型号：501                      测量范围：0~200 Kpa；
- (11) 被测直管段：  
         光滑管管径  $d=0.0080(m)$ ，管长  $L=1.62(m)$ ，材料：不锈钢；  
         粗糙管管径  $d=0.010(m)$ ，管长  $L=1.62(m)$ ，材料：不锈钢；
- (12) 玻璃转子流量计：
- | 型 号    | 测量范围           | 精度  |
|--------|----------------|-----|
| LZB—25 | 100~1000 (L/h) | 1.5 |
| LZB—10 | 10~100 (L/h)   | 2.5 |

## 四、实验方法与步骤

### 1. 离心泵性能的测定：

- (1) 首先向储水槽内注入蒸馏水，直到水满为止。
- (2) 将全部阀门关闭，开启总电源开关，用变频调速器启动离心泵。
- (3) 缓慢开启调节阀 12 至全开。待系统内流体流动稳定，系统内已没有气泡，打开压力表和真空表的开关，开始测取数据。
- (4) 从最大流量至零（或反之）测取数据，一般测取 22 组数据。
- (5) 每次测量同时记录：大涡轮流量计流量、压力表、真空表、功率表的读数及流体温度。

### 2. 管路特性的测定：

- (1) 首先将全部阀门关闭，开启总电源开关，用变频调速器启动离心泵。将流量调节阀 12 调至某一状态(使系统的流量为一固定值)
- (2) 调节离心泵电机频率以得到管路特性改变状态。调节范围(50~0 Hz)

**注：**利用变频器上（ $\wedge$ ）、（ $\vee$ ）和（RESET）键调节频率，调节完后点击（READ/ENTER）键确认即可。

(3) 改变电机频率，记录数据：大涡轮流量计的读数、泵入口真空度、泵出口压强。

(4) 实验结束，关闭调节阀，停泵，切断电源。

### 3. 流量计性能的测定：

(1) 首先将全部阀门关闭，开启总电源开关，用变频调速器启动离心泵。

(2) 缓慢打开调节阀 12 至全开。待系统内流体稳定，系统内已没有气泡，打开文丘里流量计导压管开关及阀门 32、33，在大涡轮流量计流量稳定的情况下，测得文丘里流量计两端压差。

(3) 从最大流量至零（或反之）测取数据，一般测 15~20 组数据。

(4) 每次测量应记录：涡轮流量计流量、文丘里流量计两端压差及流体温度。

### 4. 流体阻力的测量：

(1) 首先将阀门 7，8，12，13，14，23，24，25，26，27，28，29，32，33，38 关闭，阀门 18，19，20，21，22，30，31 全开，打开总电源开关，用变频调速器启动离心泵。将阀门 14 缓慢打开大流量状态下把实验管路中的气泡赶出。

将流量调为零关闭 30、31 阀门打开 38 阀门后，分别缓慢打开 28、29 阀门，将 U 型管内两液面调到到管中间位置，再关闭阀门 28、29，打开 30、31 阀门，若倒置 U 型管内两液柱的高度差不为 0，则说明系统内有气泡存在，需排净净气泡方可测取数据。

排气泡的方法：

将流量调大，重复步骤 2 排出导压管内的气泡，直至排净为止。

(2) 待管路中气泡排净后开始实验。被测管路阀门开到最大（全开），其他管路的阀门完全关闭。

(3) 从流量最大至零（或反之）调节流量，待流动稳定后，测直管阻力压差，一般测 15~20 组数。注意当流量小于 200 L/h 时，只用倒置 U 型管压差计测压差。

(4) 局部阻力测定时关闭阀门 17 和 20，全开或半开阀门 23，用压差传感器测量远端、近端压差，并计算局部阻力系数；

(5) 待数据测量完毕，关闭流量调节阀，切断电源。

## 五、使用实验设备应注意的事项：

1. 利用压差传感器测大流量下压强差时，应切断倒置 U 型管压差计两侧 30 和 31 两阀门，否则将影响测量数据的准确性；

2. 在实验过程中每次调节流量后，应待流量和压降差稳定后方可记录数据；

3. 若较长时间内不做实验，需将系统及储水槽内的水全部放掉；
4. 启动离心泵前，关闭压力表和真空表的开关，以避免压强表损坏。

## 六、实验数据与处理

### 1、实验基本参数

#### (1) 设备参数

水泵型号：

泵入口管内径=        m

泵出口管内径=        m

泵出、入口测压点间的距离=        m

电机效率=

#### (2) 操作参数

室温=        °C；

大气压强 =        KPa；

水温 =        °C。

水的密度=        kg/m<sup>3</sup>

### 2. 实验数据记录与整理

#### (1) 离心泵性能测定及流量计性能测量实验数据记录

序号	流量 $q_v$ m <sup>3</sup> /h	入口压力 $P_1$ MPa	出口压力 $P_2$ MPa	电机功率 kW	文丘里流量计 kPa
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					

12					
13					
14					
15					
16					
17					
18					
19					
20					
21					

(2) 管路特性曲线测定实验数据记录

序 号	电机频率, Hz	入口压力 $P_1$ , MPa	出口压力 $P_2$ , MPa	流量 $q_v$ , $m^3/h$
1	50			
2	48			
3	46			
4	44			
5	42			
6	40			
7	38			
8	36			
9	34			
10	32			
11	30			
12	28			
13	26			
14	24			
15	22			
16	20			
17	15			
18	10			

(3) 流体阻力实验测定数据记录

直管阻力实验数据表（光滑管）（第 套）

序号	流量 $q_v$ , L·h <sup>-1</sup>	压降	
		mmH <sub>2</sub> O	kPa
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			
21			
22			



直管阻力实验数据表（粗糙管）（第 套）

序号	流量 $q_v$ , L·h <sup>-1</sup>	压降	
		mmH <sub>2</sub> O	kPa
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			
21			
22			

局部阻力实验数据表（全开）（第 套）

序号	流量 $q_v$ , $L \cdot h^{-1}$	近端压差 $\Delta P_{\text{近}}$ , kPa	远端压差 $\Delta P_{\text{远}}$ , kPa
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			

局部阻力实验数据表（半开）（第 套）

序号	流量 $q_v$ , $L \cdot h^{-1}$	近端压差 $\Delta P_{\text{近}}$ , kPa	远端压差 $\Delta P_{\text{远}}$ , kPa
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			

（4）列出以上表中各项计算式（取任一组数据举例）。

3. 标绘泵的特性曲线，并标出适宜操作区；
4. 标绘管路的特性曲线。
5. 标绘流量系数与  $Re$  的关系图。

## 实验二 气气 传热

### 一、实验目的：

1. 通过对空气—水蒸气简单套管换热器的实验研究，掌握对流传热系数  $\alpha_i$  的测定方法，加深对其概念和影响因素的理解。
2. 通过对管程内部插有螺旋线圈的空气—水蒸气强化套管换热器的实验研究，掌握对流传热系数  $\alpha_i$  的测定方法，加深对其概念和影响因素的理解。
3. 学会并应用线性回归分析方法，确定传热管关联式  $Nu = A Re^m Pr^{0.4}$  中常数 A、m 数值，强化管关联式  $Nu_0 = B Re^n Pr^{0.4}$  中 B 和 m 数值。
4. 根据计算出的  $Nu$ 、 $Nu_0$  求出强化比  $Nu/Nu_0$ ，比较强化传热的效果，加深理解强化传热的基本理论和基本方式。
5. 通过变换列管换热器换热面积实验测取数据计算总传热系数 k，加深对其概念和影响因素的理解。
6. 认识套管换热器（光滑、强化）、列管换热器的结构及操作方法，测定并比较不同换热器的性能。

### 二、实验内容：

1. 测定 5-6 组不同流速下简单套管换热器的对流传热系数  $\alpha_i$ 。
2. 测定 5-6 组不同流速下强化套管换热器的对流传热系数  $\alpha_i$ 。
3. 测定 5-6 组不同流速下空气全流通列管换热器总传热系数 k。
4. 测定 5-6 组不同流速下空气半流通列管换热器总传热系数 k。
5. 对  $\alpha_i$  的实验数据进行线性回归，确定关联式  $Nu = A Re^m Pr^{0.4}$  中常数 A、m 的数值。
6. 通过关联式  $Nu = A Re^m Pr^{0.4}$  计算出  $Nu$ 、 $Nu_0$ ，并确定传热强化比  $Nu/Nu_0$ 。

### 三、实验原理：

1. 普通套管换热器传热系数测定及准数关联式的确定：

(1) 对流传热系数  $\alpha_i$  的测定：

对流传热系数  $\alpha_i$  可以根据牛顿冷却定律，通过实验来测定。

$$Q_i = \alpha_i \times S_i \times \Delta t_m \quad (1)$$

$$\alpha_i = \frac{Q_i}{\Delta t_m \times S_i} \quad (2)$$

式中：  $\alpha_i$ —管内流体对流传热系数，W/(m<sup>2</sup>·℃)；

$Q_i$ —管内传热速率，W；

$S_i$ —管内换热面积，m<sup>2</sup>；

$\Delta t_m$ —壁面与主流体间的温度差，℃。

$$\text{平均温度差由下式确定：} \quad \Delta t_m = t_w - \bar{t} \quad (3)$$

式中：  $\bar{t}$ —冷流体的入口、出口平均温度，℃；

$t_w$ —壁面平均温度，℃；

因为换热器内管为紫铜管，其导热系数很大，且管壁很薄，故认为内壁温度、外壁温度和壁面平均温度近似相等，用  $t_w$  来表示，由于管外使用蒸汽，所以  $t_w$  近似等于热流体的平均温度。

$$\text{管内换热面积：} \quad S_i = \pi d_i L_i \quad (4)$$

式中：  $d_i$ —内管管内径，m；

$L_i$ —传热管测量段的实际长度，m。

$$\text{由热量衡算式：} \quad Q_i = W_i c_{pi} (t_{i2} - t_{i1}) \quad (5)$$

$$\text{其中质量流量由下式求得：} \quad W_i = \frac{V_i \rho_i}{3600} \quad (6)$$

式中：  $V_i$ —冷流体在套管内的平均体积流量，m<sup>3</sup>/h；

$c_{pi}$ —冷流体的定压比热，kJ/(kg·℃)；

$\rho_i$ —冷流体的密度，kg/m<sup>3</sup>。

$c_{pi}$ 和  $\rho_i$ 可根据定性温度  $t_m$ 查得，

$t_m = \frac{t_{i1} + t_{i2}}{2}$  为冷流体进出口平均温度。

$t_{i1}$ ，  $t_{i2}$ ，  $t_w$ ，  $V_i$ 可采取一定的测量手段得到。

(2) 对流传热系数准数关联式的实验确定：

流体在管内作强制湍流，被加热状态，准数关联式的形式为：

$$Nu_i = A Re_i^m Pr_i^n \quad (7)$$

其中：  $Nu_i = \frac{\alpha_i d_i}{\lambda_i}$  ,  $Re_i = \frac{u_i d_i \rho_i}{\mu_i}$  ,  $Pr_i = \frac{c_{pi} \mu_i}{\lambda_i}$

物性数据  $\lambda_i$ 、 $c_{pi}$ 、 $\rho_i$ 、 $\mu_i$  可根据定性温度  $t_m$  查得。对于管内被加热的空气  $n=0.4$  则关联式的形式简化为：

$$Nu_i = A Re_i^m Pr_i^{0.4} \quad (8)$$

这样通过实验确定不同流量下的  $Re_i$  与  $Nu_i$ ，然后用线性回归方法确定  $A$  和  $m$  的值。

## 2. 强化套管换热器传热系数、准数关联式及强化比的测定：

强化传热技术，可以使初设计的传热面积减小，从而减小换热器的体积和重量，提高了现有换热器的换热能力，达到强化传热的目的。同时换热器能够在较低温差下工作，减少了换热器工作阻力，以减少动力消耗，更合理有效地利用能源。强化传热的方法有多种，本实验装置采用了多种强化方式，具体见下表。

其中螺旋线圈的结构图如图 1 所示，螺旋线圈由直径 3mm 以下的铜丝和钢丝按一定节距绕成。将金属螺旋线圈插入并固定在管内，即可构成一种强化传热管。在近壁区域，流体一面由于螺旋线圈的作用而发生旋转，一面还周期性地受到线圈的螺旋金属丝的扰动，因而可以使传热强化。由于绕制线圈的金属丝直径很细，流体旋流强度也较弱，所以阻力较小，有利于节省能源。螺旋线圈是以线圈节距  $H$  与管内径  $d$  的比值以及管壁粗糙度  $(2d/h)$  为主要技术参数，且长径比是影响传热效果和阻力系数的重要因素。

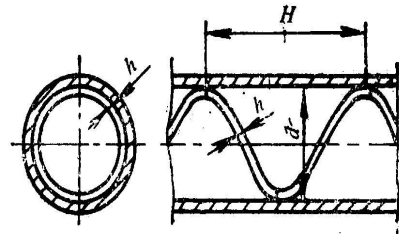


图 1 螺旋线圈强化管内部结构

科学家通过实验研究总结了形式为  $Nu = A Re^m$  的经验公式，其中  $A$  和  $m$  的值因强化方式不同而不同。在本实验中，确定不同流量下的  $Re_i$  与  $Nu_i$ ，用线性回归方法可确定  $B$  和  $m$  的值。

单纯研究强化手段的强化效果（不考虑阻力的影响），可以用强化比的概念作为评判准则，它的形式是： $Nu/Nu_0$ ，其中  $Nu$  是强化管的努塞尔准数， $Nu_0$  是普通管的努塞尔准数，显然，强化比  $Nu/Nu_0 > 1$ ，而且它的值越大，强化效果越好。需要说明的是，如果评判强化方式的真正效果和经济效益，则必须考虑阻力因素，阻力系数随着换热系数的增加而增加，从而导致换热性能的降低和能耗的增加，只有强化比较高，且阻力系数较小的强化方式，才是最佳的强化方法。

### 3. 总传热系数 $k$ 的计算

总传热系数  $k$  是评价换热器性能的一个重要参数，也是对换热器进行传热计算的依据。对于已有的换热器，可以通过测定有关数据，如设备尺寸、流体的流量和温度等，通过传热速率方程式计算  $k$  值。

传热速率方程式是换热器传热计算的基本关系。该方程式中，冷、热流体温度差  $\Delta T$  是传热过程的推动力，它随着传热过程冷热流体的温度变化而改变。

$$\text{传热速率方程式} \quad Q = K_o \times S_o \times \Delta T_m \quad (9)$$

$$\text{热量衡算式} \quad Q = Cp \times W \times (T_2 - T_1) \quad (10)$$

$$\text{总传热系数} \quad K_o = \frac{Cp \times W \times (T_2 - T_1)}{S_o \times \Delta T_m} \quad (11)$$

式中：  $Q$ —热量 (W) ；

$S_o$ —传热面积 ( $m^2$ )；

$\Delta T_m$ —冷热流体的平均温差 ( $^{\circ}C$ )；

$k_o$ —总传热系数 ( $W/(m^2 \cdot ^{\circ}C)$ )；

$Cp$ —比热容 ( $J/(kg \cdot ^{\circ}C)$ )；

$W$ —空气质量流量 ( $kg/s$ ) ；

$T_2 - T_1$ —空气进出口温差 ( $^{\circ}C$ )。

## 四、实验装置的基本情况：

### 1. 实验装置流程示意图（如图 2 所示）：

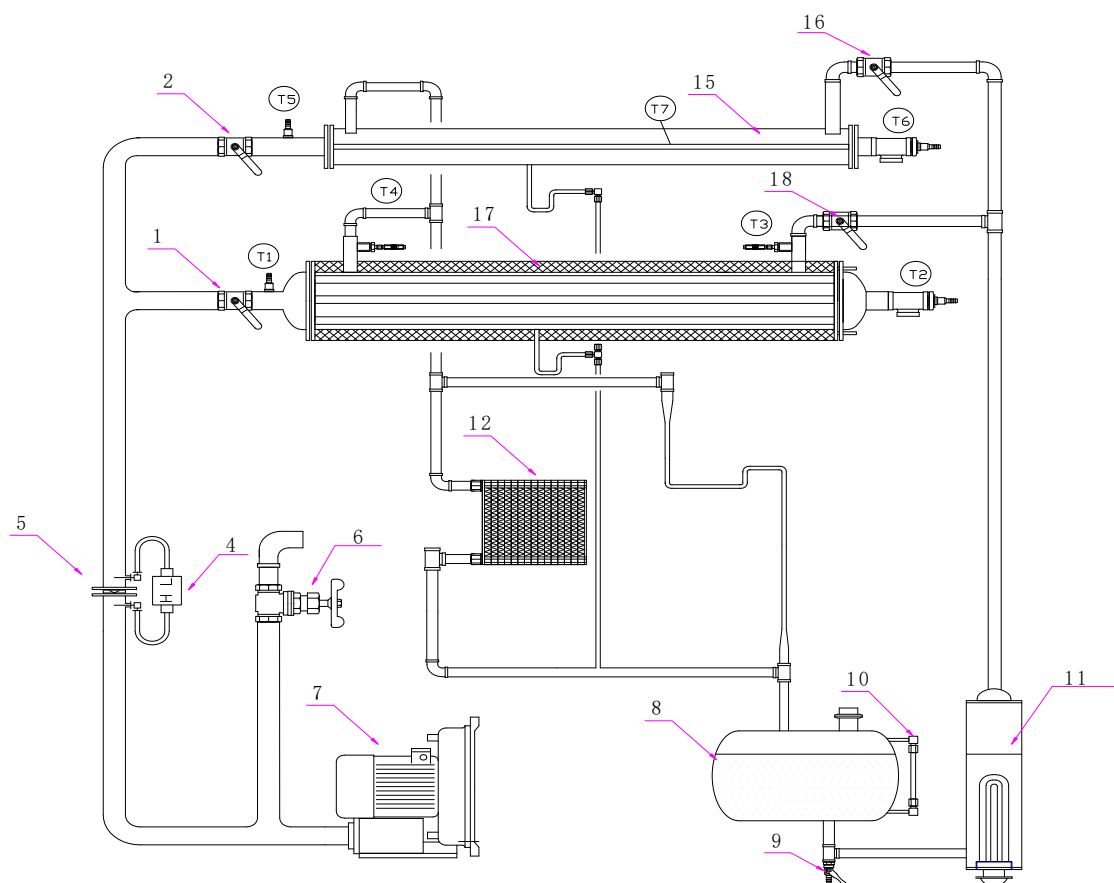


图 2 传热实验装置流程示意图

1-列管换热器空气进口阀；2-套管换热器空气进口阀；3-板式换热器空气进口阀；4-压力传感器；5-孔板流量计；6-空气旁路调节阀；7-漩涡气泵；8-储水罐；9-排水阀；10-液位计；11-蒸汽发生器；12-散热器；13-板式换热器；14-板式换热器蒸汽进口阀；15-套管换热器；16-套管换热器蒸汽进口阀；17-列管换热器；18-列管换热器蒸汽进口阀

2. 实验设备主要技术参数（如表 1 所示）：

表 1 实验装置结构参数

套管换热器实验内管直径（mm）		$\Phi 22 \times 1$
测量段（紫铜内管、列管内管）长度 $L$ （m）		1.20
强化传热内插物 （螺旋线圈）尺寸	丝径 $h$ （mm）	1
	节距 $H$ （mm）	40
套管换热器实验外管直径（mm）		$\Phi 57 \times 3.5$
列管换热器实验内管直径（mm），根数		$\Phi 19 \times 1.5$ ，6
列管换热器实验外管直径（mm）		$\Phi 89 \times 3.5$

孔板流量计孔流系数及孔径	$c_0=0.65$ 、 $d_0=0.017\text{ m}$
旋涡气泵	XGB—2 型

## 五、实验操作步骤:

### 1. 实验前的准备及检查工作:

- (1) 向储水罐 8 中加入蒸馏水至液位计上端处。
- (2) 检查空气流量旁路调节阀 6 是否全开。
- (3) 检查蒸气管支路各控制阀是否已打开, 保证蒸汽和空气管线的畅通。
- (4) 接通电源总闸, 设定加热电压。

### 2. 光滑套管实验

(1) 准备工作完毕后, 打开蒸汽进口阀门 16, 启动仪表面板加热开关, 对蒸汽发生器内液体进行加热。当所做套管换热器内管壁温升到接近  $100^{\circ}\text{C}$  并保持 5 分钟不变时, 打开阀门 2, 全开旁路阀 6, 启动风机开关。

(2) 用旁路调节阀 6 来调节流量, 调好某一流速后稳定 3-5 分钟后, 分别记录空气的流量、空气进、出口的温度及壁面温度。

(3) 改变流量测量下组数据。一般从小流量到最大流量之间, 要测量 5~6 组数据。

### 3. 强化实验:

全部打开空气旁路阀 6, 停风机。把强化丝装进套管换热器内并安装好。实验方法同步骤 2。

### 4. 列管换热器传热系数测定实验:

(1) 列管换热器冷流体全流通实验, 打开蒸汽进口阀门 18, 当蒸汽出口温度接近  $100^{\circ}\text{C}$  并保持 5 分钟不变时, 打开阀门 1, 全开旁路阀 6, 启动风机, 利用旁路调节阀 6 来调节流量, 调好某一流速后稳定 3-5 分钟后, 分别记录空气的流量、空气进、出口的温度及蒸汽的进出口温度。

(2) 列管换热器冷流体半流通实验, 用准备好的丝堵堵上一半面积的内管, 打开蒸汽进口阀门 18, 当蒸汽出口温度接近  $100^{\circ}\text{C}$  并保持 5 分钟不变时, 打开阀门 1, 全开旁路阀 6, 启动风机, 利用旁路调节阀 6 来调节流量, 调好某一流速后稳定 3-5 分钟后, 分别记录空气的流量、空气进、出口的温度及蒸汽的进出口温度。



5. 实验结束后，依次关闭加热电源、风机和总电源。一切复原。

## 六、实验注意事项：

1. 检查蒸汽加热釜中的水位是否在正常范围内。特别是每个实验结束后，进行下一实验之前，如果发现水位过低，应及时补给水量。
2. 必须保证蒸汽上升管线的畅通。即在给蒸汽加热釜电压之前，两蒸汽支路阀门之一必须全开。在转换支路时，应先开启需要的支路阀，再关闭另一侧，且开启和关闭阀门必须缓慢，防止管线截断或蒸汽压力过大突然喷出。
3. 必须保证空气管线的畅通。即在接通风机电源之前，两个空气支路控制阀之一和旁路调节阀必须全开。在转换支路时，应先关闭风机电源，然后开启和关闭支路阀。
4. 调节流量后，应至少稳定 3-8 分钟后读取实验数据。
5. 实验中保持上升蒸汽量的稳定，不应改变加热电压。

## 七、实验数据记录及处理

表 2 实验装置数据记录表（光滑管换热器）

No.	1	2	3	4	5	6	7	8
空气流量压差（kPa）								
空气入口温度 $t_1$ （℃）								
空气出口温度 $t_2$ （℃）								
$t_w$ （℃）								

表 3 实验装置数据记录表（强化管换热器）

No.	1	2	3	4	5	6	7	8
空气流量压差（kPa）								
空气入口温度 $t_1$ （℃）								
空气出口温度 $t_2$ （℃）								
$t_w$ （℃）								

表 4 列管换热器全流通数据记录表

项目	1	2	3	4	5	6	7	8
空气流量压差 $\Delta P$ (kPa)								
空气进口温度 $t_1$ (°C)								
空气出口温度 $t_2$ (°C)								
蒸汽进口温度 $T_1$ (°C)								
蒸汽出口温度 $T_2$ (°C)								

表 5 列管换热器半流通数据记录表

No.	1	2	3	4	5	6	7	8
空气流量压差 $\Delta P$ (kPa)								
空气进口温度 $t_1$ (°C)								
空气出口温度 $t_2$ (°C)								
蒸汽进口温度 $T_1$ (°C)								
蒸汽出口温度 $T_2$ (°C)								

## 实验三 搅拌器性能测定实验

### 一、实验目的

1. 掌握搅拌功率曲线的测定方法。
2. 了解影响流动场和输入能量的主要因素及其关联方法。
3. 观察搅拌桨在不同流体中的流型特点。

### 二、实验内容

1. 测定搅拌器液相搅拌功率、雷诺准数及绘制液相搅拌功率曲线。
2. 测定水和空气的气-液相搅拌功率及绘制气-液相搅拌功率曲线。

### 三、实验原理

搅拌操作是重要的化工单元操作之一，它常用于互溶液体的混合、不互溶液体的分散和接触、气液接触、固体颗粒在液体中的悬浮、强化传热及化学反应等过程，搅拌反应釜是分子化工生产的核心设备。

#### （一）、混合机理

搅拌器叶轮的旋转造成槽内液体的强制对流扩散。强制对流扩散包括总体对流扩散和涡流扩散(湍流扩散)。

##### 1.均相液体的混合机理

###### a.总体对流扩散

排出流和诱导流造成槽内液体大范围宏观流动，并产生整个槽内液体流动循环，这种流动称为总体流动。总体流动能使液体宏观上均匀混合(大尺度的混合)。为达到大尺度的均匀混合，必须合理设计搅拌装置和槽体，注意消除不流动的死区。

###### b.涡流扩散

由于射流中心与周围液体交界处的速度梯度很大而产生强的剪切作用，对低黏度的液体形成大量旋涡。旋涡的分裂破碎及能量传递，使微团尺寸减小(最小尺寸可达微米级)，从而达到小尺度的微观均匀混合。

###### c.分子扩散

均相液体在分子尺度的均匀混合靠分子扩散。但是槽内液体强的湍动使微团尺寸的减小，大大加速了分子扩散。

对于大多数混合过程，上述三种混合机理同时发挥作用。涡流扩散使大尺寸的液体团块分割成尺寸较小的液体微团；总体流动将液体微团带到槽内各处，达到宏观上的均匀混合；

分子扩散使液体微团最终消失，使槽内液体达到分子尺度的均匀混合。一般来说，涡流扩散在整个混合过程中占主导地位。

对于高黏度液体的混合作用主要依赖于充分的总体流动，但同时也依赖于由速度梯度的剪切作用引起的液体微团的分散和破碎。为加强轴向流动，采用带上、下往复运动的旋转搅拌器，则混合效果更佳。

对于非牛顿流体，大多为假塑性流体，具有明显的剪切稀化作用。欲达到均匀混合效果，宜采用大直径搅拌器以促进总体流动，且应使槽内的剪切力场尽可能均匀。

前述强化槽内液体湍动的一切措施，都会使涡流扩散作用得到加强。

## 2.非均相物系的混合机理

对于非均相物系，为达到小尺度的宏观混合，同样应强化湍动，使分散相尺寸尽可能减小。

### a.不互溶液-液体系的分散

为达到分散相液滴尺寸大小的均匀一致，可采取的措施是：

- (1)整个搅拌设备内保持湍动的均匀分布；
- (2)允许的话，在混合液中加入少量保护胶，以阻止小液滴碰撞时合并。

### b.气-液分散体系

小气泡不但能提供较大的相际接触面积，还能在液体中保持较长的停留时间。所以，气泡的分散度非常重要。搅拌能达到的气泡尺寸通常为 2~5 mm。气泡的破碎主要靠高度湍动，即强剪切作用。

### c.固体颗粒在液体中的悬浮

固体颗粒在液体中的悬浮经历液体取代颗粒表面气体(润湿)和使颗粒团聚体被液体动力打散(分散)两个基本步骤。通常，搅拌过程不会使颗粒尺寸的大小发生变化，只能达到原来颗粒尺度上的均匀混合。

使全部颗粒都悬浮起来的最低转速，称为搅拌器的临界转速。显然，实际操作时，搅拌器的转速必须大于临界转速。

## (二)、流体的流动状态

搅拌作用下，槽内液体的流动状态可用搅拌雷诺数  $Re$  来判断。搅拌雷诺数的定义为

$$\frac{d^2 n \rho}{\mu} = Re$$

式中

$d$  --- 叶轮直径, m;                       $n$  --- 搅拌器转速, r/s;

$\rho$  --- 液体的密度,  $\text{kg/m}^3$ ;         $\mu$  --- 液体的黏度,  $\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

搅拌雷诺数反映液体黏滞力对液体流动状态的影响。现以八片平直叶开启涡轮为例, 分析槽内液体随叶轮转速变化的流动状态:

当  $Re < 10$  时, 叶轮周围液体随叶轮旋转作周向流, 远离叶轮的液体基本是静止的, 属于完全层流, 如图 1(a)所示。

当  $Re = 10-30$  时, 液体的运动达到槽壁, 并沿槽壁有少量上下循环流发生, 如图 1(b)所示, 此现象为部分层流, 仍为层流范围。

当  $Re = 30-10^3$  时, 桨叶附近的液体已出现湍流, 而其外周仍为层流, 如图 1(c)所示, 此为过渡流状态。

当  $Re > 10^3$  时, 液体达湍流状态。若槽壁处无挡板时, 由于离心力的作用, 搅拌轴附近会形成旋涡, 如图 1(d)所示。搅拌器转速越大, 形成的旋涡越深, 这种现象称为“打旋”。旋涡中心的液体几乎与搅拌轴作同步旋转, 类似于一个回转的圆形固体柱, 称为“圆柱状回转区”。“打旋”发生时, 几乎不产生轴向混合作用, 对于多相物系, 导致轻重相分层。当旋涡达到一定深度后, 还会发生吸人氣体的现象, 降低被搅拌物料表观密度, 致使搅拌功率下降, 搅拌效果变差。所以, 搅拌操作中应避免“打旋”现象发生。槽内加挡板, 便可抑制“打旋”现象发生, 如图 1(e)所示。

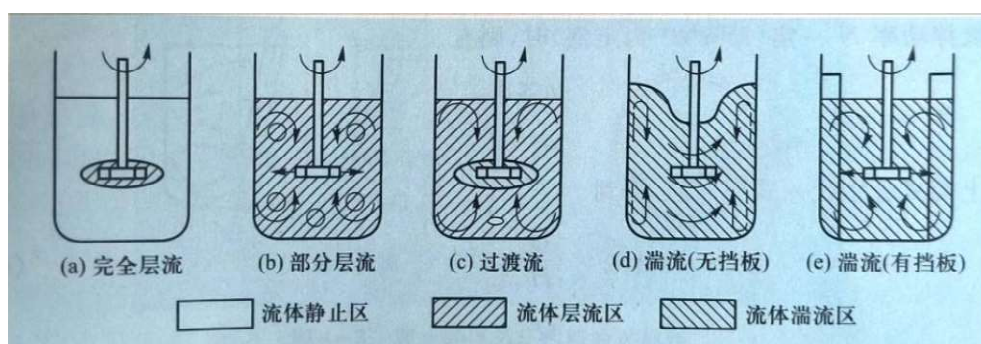


图 1. 搅拌槽内流体的流动状态

### (三)、增强搅拌槽内液体湍动的措施

增强槽内液体的湍动, 即增大液体循环流动的阻力(加大内部剪切力), 体现为搅拌压头的提高和搅拌功率的加大。为强化槽内液体的湍动, 可采取如下措施。

#### 1. 抑制“打旋”现象的发生

涡轮式和推进式搅拌器, 当搅拌雷诺数  $Re > 300$  时, 槽内液体便可能出现“打旋”现象,

引起搅拌质量下降。抑制“打旋”现象发生可采取的方法有：

(1)搅拌槽内设置挡板最常用的挡板是在槽内沿槽壁纵向安装几块阻碍流体环形状流动的条形钢板。挡板可将切向流动转化为径向流动和轴向流动，并增大被搅拌液体的湍动，从而改善搅拌效果，如图 1(e)所示。挡板的宽度  $W$ 、数量  $n_b$  及安装方式都将影响槽内液体的流动场和功率消耗。

对于通常的搅拌槽，设置四块挡板便可满足“全挡板条件”，即抑制或消除了“打旋”现象，搅拌器的功率达到最大。

槽内设置的其他能阻止水平回转流动的附件，如温度计套管，各种型式的换热器也能起到挡板作用。

(2)破坏液体循环回路的对称性抑制“打旋”现象的另一种常用方法是破坏液体循环回路的对称性。对于小容器，可将搅拌器偏心或偏心倾斜安装，如图 2(a)所示；对于大容器，可将搅拌器偏心水平安装在容器下部，如图 2(b)所示。

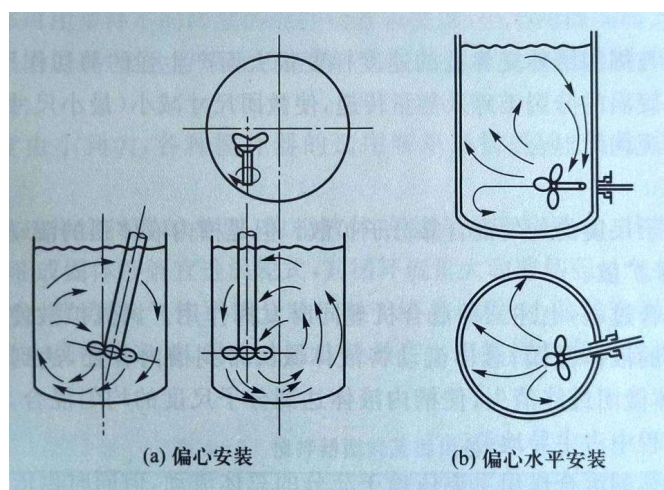


图 2. 破坏液体循环回路的对称性

## 2. 导流筒

当需要控制液体的流动方向和速度以确定某一特定流动场时，可在搅拌槽内设置导流筒。导流筒的安装方式如图 3 所示。对涡轮式搅拌器，导流筒安装在搅拌器上方；而对推进式和螺杆式搅拌器，导流筒安装在搅拌器外面。导流筒的作用在于加强搅拌器对液体的直接剪切作用，既可有效消除短路现象，又有助于消除死区，确定充分的循环流型。一般情况下，导流筒将搅拌槽横截面分成面积相等的两部分，即导流筒直径约为搅拌槽直径的 70%。

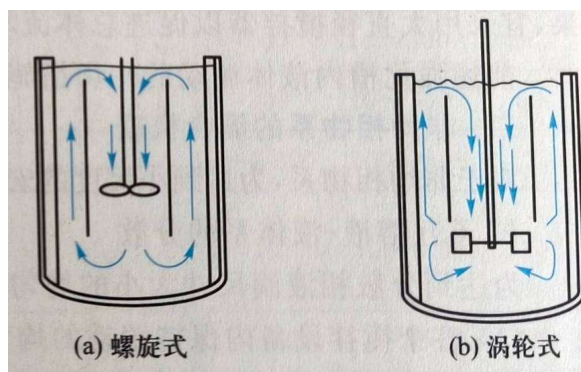


图 3. 导流筒安装方式

### 3.提高搅拌器转速

搅拌器叶轮的工作原理类似于离心泵的叶轮，在全挡板条件下，其压头随转速呈平方关系变化。采用小直径叶轮、高转速操作可产生高剪切作用，增加液体湍动。

对于高黏度液体，采用大叶片、低转速近壁型搅拌器，如锚式、框式、螺带式等。螺杆式搅拌器往往与导流筒联合使用，以提高搅拌效果。

搅拌过程中流体的混合要消耗能量，即通过搅拌器把能量输入到被搅拌的流体中去。因此搅拌釜内单位体积流体的能耗成为判断搅拌过程好坏的依据之一。

由于搅拌釜内液体运动状态十分复杂，搅拌功率目前尚不能由理论得出，只能通过实验获得它与多变量之间的关系，以此作为搅拌器设计放大过程中确定搅拌功率的依据。

搅拌器消耗的功率用于向液体提供能量。凡是影响搅拌槽内液体总流量和压头的因素，均影响搅拌功率的消耗。概括来说，主要包括如下四个方面因素：

- (1)搅拌器的因素 桨叶形状、叶轮直径及宽度叶片数目、在槽内安装高度等。
- (2)搅拌槽的因素 槽形、槽内径、挡板数目及宽度、导流筒的尺寸、液位高度等。
- (3)物性因素 主要是被搅拌物料的密度和黏度。
- (4)出现“打旋”现象时还需考虑重力加速度的影响。

为了便于分析，可假定搅拌设备的各项尺寸都和叶轮直径成一定比例关系，并将这些比值称为形状因子。对于特定的装置，形状因子一般为定值。于是，搅拌功率和各变量之间的一般函数关系式可表达为

$$N = f(n, d, \rho, \mu, g, \dots)$$

式中：N—搅拌功率，W； n—搅拌转数，r/s； d—搅拌器直径，m；

$\rho$ —流体密度，kg/m<sup>3</sup>；  $\mu$ —流体粘度，pa·s； g—重力加速度，m/s<sup>2</sup>。

由因次分析法可得下列无因次数群的关联式：

$$\frac{N}{\rho n^3 d^5} = K \left( \frac{d^2 n \rho}{\mu} \right)^x \left( \frac{n^2 d}{g} \right)^y$$

(9-1)

令  $\frac{N}{\rho n^3 d^5} = N_p$ ,  $N_p$  称为功率无量纲数;

$\frac{d^2 n \rho}{\mu} = R_e$ ,  $R_e$  为搅拌雷诺数;

$\frac{n^2 d}{g} = F_r$ ,  $F_r$  称为搅拌佛鲁德数;

K, x, y, 待定系数, K 包含形状因子等因素。

$$\text{则} \quad N_p = K R_e^x F_r^y \quad (9-2)$$

$$\text{令} \varphi = \frac{N_p}{F_r^y}, \varphi \text{ 称为功率因数, 则} \varphi = K R_e^x \quad (9-3)$$

对于不打旋的系统重力影响极小, 可忽略  $F_r$  的影响, 即  $y = 0$ 。

$$\text{则} \quad \varphi = N_p = K R_e^x \quad (9-4)$$

因此, 在对数坐标纸上可标绘出  $N_p$  与  $R_e$  的关系。

$$\text{搅拌功率计算方法:} \quad N = I \times V - (I^2 \times R + K n^{1.2}) \quad (9-5)$$

式中: I—搅拌电机的电枢电流, A; V—搅拌电机的电枢电压, V;

R—搅拌电机的内阻,  $30 \Omega$ ; n—搅拌电机的转数, r/s;

K—0.177

#### 四、实验装置基本情况

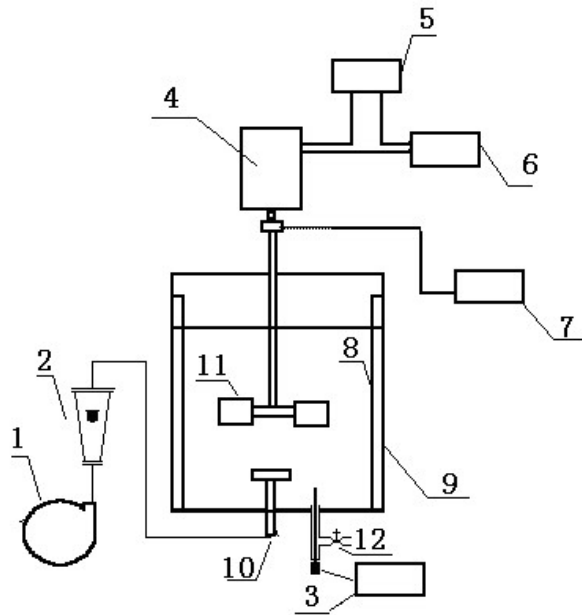
##### 1. 实验装置基本情况

搅拌器: 型号 90ZYT52; 搅拌釜: 内径 286 mm; 高 560 mm; 液高 400 mm;

直流电流表: 型号 501B; 数字温度计: 型号: 501B; 数字转速表: 型号: 708H

##### 2. 实验装置流程示意图 (见图一)





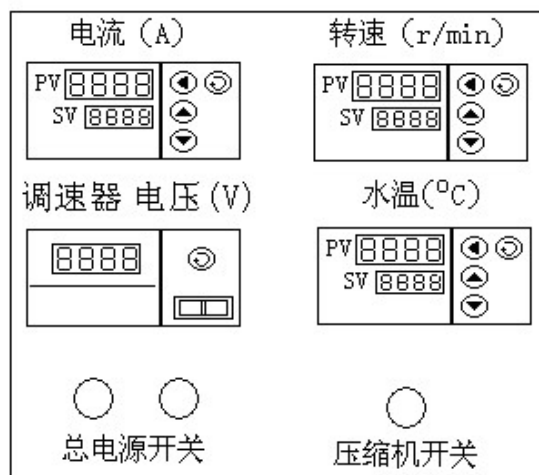
图一 搅拌实验装置流程图

1-空压机；2-流量计；3-温度计；4-电动机；5-直流电流表；6-直流电压表（调速器）；7-测速仪；8-挡板；9-搅拌槽；10-气体分布器；11-搅拌器；12-放液口



图二. 搅拌装置实物图

### 3.实验装置仪表面板图（见图三）



图三 搅拌实验装置面板图

## 五、实验操作方法

### 1. 测定水溶液搅拌功率曲线

打开总电源，各数字仪表显示“0”。打开搅拌调速开关，慢慢转动调速旋纽，电机开始转动。在电压 0--70 之间，取 7--10 个点测试（实验中适宜的转速选择：低转速时搅拌器的转动要均匀；高转速时以流体不出现旋涡为宜）。实验中每调一个电压，待数据显示基本稳定后方可读数，同时注意观察流型及搅拌情况。每调节改变一个电压，记录以下数据：调速器的电压（V）、电流（A）、转速（r/min）。

### 2.测定气液搅拌功率曲线

以空气压缩机为供气系统，用气体流量计调节空气流量输入到搅拌槽内，应同时记录每一转速下的液面高度，其余操作同上。

3.实验结束时一定把调速降为“0”，方可关闭搅拌调速。

## 六、注意事项

- 1.电机调速一定要从“0”开始，调速过程要缓慢，否则易损坏电机。
- 2.不得随便移动实验装置。

## 七、实验数据记录

- 1.实验数据整理在下表中。

表一 实验数据表 (\_\_\_\_挡板；气量  $L=$ \_\_\_\_ $\text{m}^3/\text{h}$ )

序号	转速 rpm	直流电流 A	直流电压 V	P W	Re	Np
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

表二 实验数据表 (\_\_\_\_挡板；气量  $L=$ \_\_\_\_ $\text{m}^3/\text{h}$ )

序号	转速 rpm	直流电流 A	直流电压 V	P W	Re	Np
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

表三 实验数据表 (\_\_\_\_挡板；气量  $L=$ \_\_\_\_ $\text{m}^3/\text{h}$ )

序号	转速 rpm	直流电流 A	直流电压 V	P W	Re	Np
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

表四 实验数据表 (\_\_\_\_挡板; 气量 L=\_\_\_\_m<sup>3</sup>/h)

序号	转速 rpm	直流电流 A	直流电压 V	P W	Re	Np
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

2.在对数坐标纸上标绘 $N_p$ — $Re$  曲线。

## 实验四 二氧化碳吸收实验

### 一、实验目的

1. 熟悉填料吸收塔的结构及塔操作；
2. 掌握填料塔流体力学性能的测定方法，了解填料塔流体力学状况；
3. 掌握吸收塔传质能力的测定方法，加深对填料塔传质过程原理的理解；

### 三、实验原理

填料塔在传质过程的有关单元操作中，应用十分广泛。实验研究填料塔的流体力学特性，测定传质膜系数和总传质系数，确定传质过程的控制步骤，非常重要。

#### 1. 填料塔的流体力学性能

填料塔中填料的作用是提供气、液两相接触传质的场所。吸收操作时，气体通过填料层会产生压强降。压强降的大小决定了塔操作的动力消耗，是吸收装置设计的重要参数。而确定吸收塔的气、液负载量时，必须首先了解塔的液泛规律。气体通过填料层压的压强降与气、液流量均有关，不同液体喷淋量下填料层的压强降  $\Delta P$  与气速  $u$  的关系如图 1 所示：

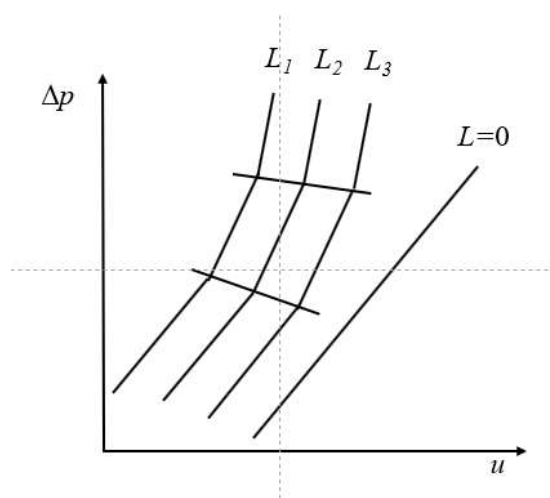


图 3-1 填料层的  $\Delta p \sim u$  关系

当液体喷淋量  $L_0 = 0$  时，干填料的  $\Delta P \sim u$  关系是一直线，如图 3-1 所示。当有一定的喷淋量时， $\Delta P \sim u$  的关系变成折线，并存在两个转折点，下转折点称为“载点”，上转折点称为“泛点”。这两个转折点将  $\Delta P \sim u$  关系分为三个区段：恒持液量区、载液区及液泛区。

## 2. 填料塔的传质性能

传质系数是反映填料吸收塔性能的重要参数。对于相同的物系及一定的设备（填料类型与尺寸），传质系数随着操作条件及气液接触状况的不同而变化。

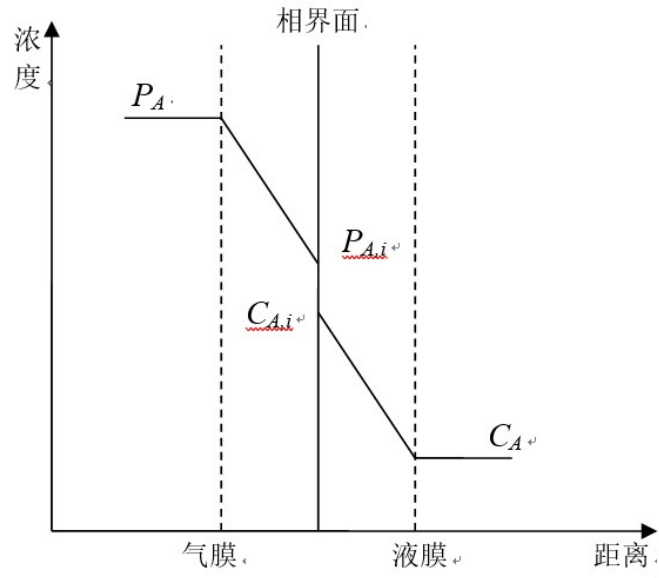


图 3-2 双膜模型的浓度分布图

根据双膜模型的基本假设（图 2），气侧和液侧的吸收质 A 的传质速率方程可分别表达为：

$$\text{气膜: } G_A = k_g A(p_A - p_{A,i}) \quad (1)$$

$$\text{液膜: } G_A = k_l A(C_{A,i} - C_A) \quad (2)$$

式中：

$G_A$ —A 组分的传质速率， $\text{kmol} \cdot \text{s}^{-1}$ ；

$A$ —两相接触面积， $\text{m}^2$ ；

$P_A$ —气侧 A 组分的平均分压，Pa；

式中：

$G_A$ —A 组分的传质速率， $\text{kmol} \cdot \text{s}^{-1}$ ；

$A$ —两相接触面积， $\text{m}^2$ ；

$P_A$ —气侧 A 组分的平均分压，Pa；

$P_{A,i}$ —相界面上 A 组分的分压，Pa；

$C_A$ —液侧 A 组分的平均浓度， $\text{kmol} \cdot \text{m}^{-3}$ ；

$C_{A,i}$ —相界面上 A 组分的浓度， $\text{kmol} \cdot \text{m}^{-3}$ ；

$k_g$ —以分压表达推动力的气侧传质膜系数， $\text{kmol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$ ；

$k_l$ —以物质的量浓度表达推动力的液侧传质膜系数， $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ 。

以气相分压，或以液相浓度表示传质过程推动力的相际传质速率方程，又可分别表达为：

$$G_A = K_G A (p_A - p_A^*) \quad (3)$$

$$G_A = K_L A (C_A^* - C_A) \quad (4)$$

式中：

$p_A^*$ —液相中 A 组分的实际浓度所要求的气相平衡分压，Pa；

$C_A^*$ —气相中 A 组分的实际分压所要求的液相平衡浓度， $\text{kmol}\cdot\text{m}^{-3}$ ；

$K_G$ —以气相分压表达推动力的总传质或气相传质总系数， $\text{kmol}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$ ；

$K_L$ —以液相浓度表达推动力的总传质或液相传质总系数， $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ 。

若气液平衡关系遵循 *Henry* 定律，即  $C_A = H \cdot p_A$ ，则：

$$\frac{1}{K_G} = \frac{1}{k_g} + \frac{1}{Hk_l} \quad (5)$$

$$\frac{1}{K_L} = \frac{H}{k_g} + \frac{1}{k_l}$$

当气膜阻力远大于液膜阻力时，则相际传质过程受气膜传质速率控制，此时  $K_G = k_g$ ；

反之，当液膜阻力远大于气膜阻力时，则相际传质过程受液膜传质速率控制，此时  $K_L = k_l$ 。

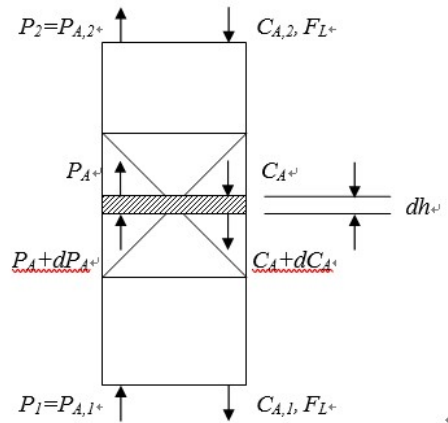


图 3-3 填料塔物料衡算图

如图 3 所示，在逆流接触的填料层内，任意载取一微分段，并以此为衡算系统，则由吸收质 A 的物料衡算可得：

$$dG_A = \frac{F_L}{\rho_L} dC_A \quad (7a)$$

式中：  $F_L$  ——液相摩尔流率，  $kmol \cdot s^{-1}$ ；

$\rho_L$  ——液相摩尔密度，  $kmol \cdot m^{-3}$ 。

根据传质速率基本方程式，可写出该微分段的传质速率微分方程：

$$dG_A = K_L (C_A^* - C_A) a S dh \quad (7b)$$

$$\text{联立上两式可得：} \quad dh = \frac{F_L}{K_L a S \rho_L} \cdot \frac{dC_A}{C_A^* - C_A} \quad (8)$$

式中：  $a$  ——气液两相接触的比表面积，  $m^2 \cdot m^{-1}$ ；

$S$  ——填料塔的横截面积，  $m^2$ 。

本实验采用水吸收二氧化碳与空气的混合物中的二氧化碳气体，且已知二氧化碳在常温常压下溶解度较小，因此，液相摩尔流率  $F_L$  和摩尔密度  $\rho_L$  的比值，亦即液相体积流率  $(V_s)_L$  可视为定值，且设总传质系数  $K_L$  和两相接触比表面积  $a$  在整个填料层内为定值，则按下列边值条件积分式 (8)，可得填料层高度的计算公式：

$$h=0 \quad C_A = C_{A2} \quad h=h \quad C_A = C_{A1}$$

$$h = \frac{L_{sL}}{K_L a S} \cdot \int_{C_{A2}}^{C_{A1}} \frac{dC_A}{C_A^* - C_A} \quad (9)$$

令  $H_L = \frac{L_{sL}}{K_L a S}$ ，且称  $H_L$  为液相传质单元高度 (HTU)；

$$N_L = \int_{C_{A2}}^{C_{A1}} \frac{dC_A}{C_A^* - C_A}， \text{且称 } N_L \text{ 为液相传质单元数 (NTU)}。$$

因此，填料层高度为传质单元高度与传质单元数之乘积，即

$$h = H_L \times N_L \quad (10)$$

若气液平衡关系遵循亨利定律，即平衡曲线为直线，则式 (9) 为可用解析法解得填料层高度的计算式，亦即可采用下列平均推动力法计算填料层的高度或液相传质单元高度：



$$h = \frac{L_{sL}}{K_L a S} \cdot \frac{C_{A1} - C_{A2}}{\Delta C_{Am}} \quad (11)$$

$$N_L = \frac{h}{H_L} = \frac{h}{L_{sL} / K_L \alpha S} \quad (12)$$

式中  $\Delta C_{A.m}$  为液相平均推动力，即

$$\Delta C_{Am} = \frac{\Delta C_{A1} - \Delta C_{A2}}{\ln \frac{\Delta C_{A1}}{\Delta C_{A2}}} = \frac{(C_{A1}^* - C_{A1}) - (C_{A2}^* - C_{A2})}{\ln \frac{C_{A1}^* - C_{A1}}{C_{A2}^* - C_{A2}}} \quad (13)$$

其中：  $C_{A1}^* = H p_{A1} = H y_1 p_0$ ，  $C_{A2}^* = H p_{A2} = H y_2 p_0$ ，  $p_0$  为大气压。

$$y_1 = \frac{V_{CO2\text{液}}}{V_{CO2\text{液}} + V_{\text{空气}}}$$

$$y_2 = y_1 - \frac{L_{sL} \times \left( \frac{C_{A1} M_2}{\rho} - \frac{C_{A2} M_2}{\rho} \right)}{V_{sL}}$$

$L_{sL}$  -----液体摩尔流量（单位为  $mol/h$ ）

$V_{sL}$  -----气体摩尔流量（单位为  $mol/h$ ）

二氧化碳的溶解度常数：

$$H = \frac{\rho_w}{M_w} \cdot \frac{1}{E} \quad \text{koml} \cdot m^{-3} \cdot Pa^{-1} \quad (14)$$

式中：  $\rho_w$  ——水的密度，  $kg/m^3$ ；

$M_w$  ——水的摩尔质量，  $kg \cdot kmol^{-1}$ ；

$E$  ——二氧化碳在水中的亨利系数， Pa。

因本实验采用的物系不仅遵循亨利定律，而且气膜阻力可以不计，在此情况下，整个传质过程阻力都集中于液膜，即属液膜控制过程，则液侧体积传质膜系数等于液相体积传质总系数，亦即

$$k_L a = K_L a = \frac{L_{sl}}{hS} \cdot \frac{C_{A1} - C_{A2}}{\Delta C_{Am}} \quad (15)$$

## 四、实验装置

### 1. 实验装置主要技术参数：

填料塔：玻璃管内径  $D=0.050$  m，塔高 1.20 m，内装  $\phi 10 \times 10$  mm，瓷拉西环： $\phi 10 \times 10$  mm 环，填料层高度  $Z=1.07$  m；风机：XGB-12 型 550W；二氧化碳钢瓶。

流量测量仪表：

$\text{CO}_2$  转子流量计：型号 LZB-6 流量范围  $0.06 \sim 0.6 \text{ m}^3 / \text{h}$ ；

空气转子流量计：型号 LZB-10 流量范围  $0.25 \sim 2.5 \text{ m}^3 / \text{h}$ ；

水转子流量计：型号 LZB-10 流量范围  $16 \sim 160 \text{ L} / \text{h}$ ；

浓度测量：吸收塔塔底溶液浓度分析准备定量化学分析仪器；

温度测量：PT100 铂电阻，用于测定测气、液相温度。

### 2. 二氧化碳吸收与解吸实验装置流程(图 4)

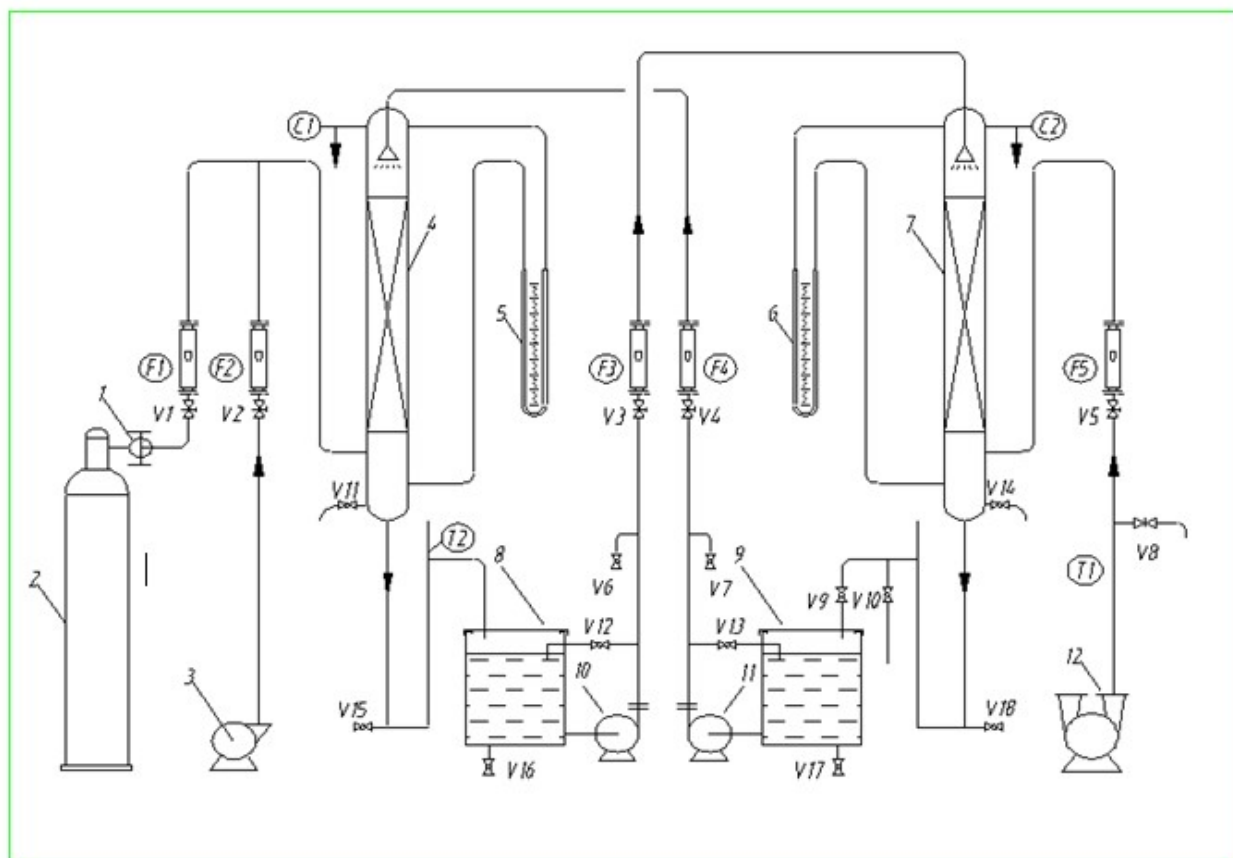


图 3-4 二氧化碳吸收与解吸实验装置流程示意图

1-减压阀；2-二氧化碳钢瓶；3-空气压缩机；4-填料吸收塔；5,6-U 型管压差计；7-填料解

吸塔；8,9-水箱；10,11-离心泵；12-旋涡气泵；F1-二氧化碳流量计；F2-空气流量计；F3、F4-水流量计；F5-空气流量计；T1-空气温度；T2-吸收液体温度；V1,V8-阀门。

3. 实验仪表面板图(见图 5)

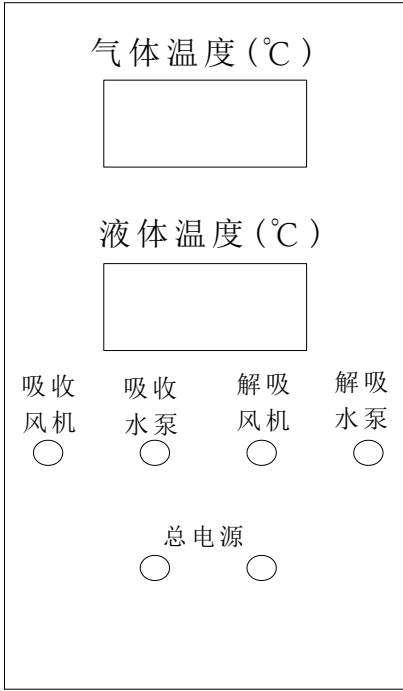


图 3-5 实验装置面板图

五、实验方法及步骤

- 1.实验前准备工作：

首先将水箱 8 和水箱 9 灌满蒸馏水或去离子水，接通实验装置电源并按下总电源开关。

准备好 10 ml 移液管、100 ml 的三角瓶、酸式滴定管、洗耳球、0.1 M 左右的盐酸标准溶液、0.1 M 左右的 Ba(OH)<sub>2</sub> 溶液和酚酞指示剂。
- 2.测量解吸塔干填料层压强降 $\Delta P/Z$ 关系曲线：
  - (1) 首先将空气旁路调节阀 V8 全开，启动解吸风机 12。打开空气流量计 F5 下的阀门 V5，逐渐关小阀门 V8 的开度，调节进塔空气的流量，待系统稳定后读取填料层压降 $\Delta P$ （U 形管液柱压差计的数值）。
  - (2) 改变空气流量，在空气流量最小（0.3 m<sup>3</sup>/h）到最大范围内测取 6~10 组数据量。

注意：空气流量取 0.3 m<sup>3</sup>/h 的倍数。
  - (3) 依次关闭阀门 V5、风机和阀门 V8。
  - (4) 在对数坐标纸上以空塔气速  $u$  为横坐标，单位高度的压降 $\Delta P/Z$  为纵坐标，标绘干

填料层 $\Delta P/Z \sim u$  关系曲线。

3. 测量解吸塔在不同喷淋量下填料层压强降 $\Delta P/Z \sim u$  关系曲线：

(1) 在出口阀关闭的状态下启动离心泵 10，然后调节阀门 V3，将水流量固定在 120 l/h 左右（水流量大小可因设备调整），采用上面相同步骤调节空气流量（空气流量取 0.3 m<sup>3</sup>/h 的倍数），系统稳定后分别读取并记录填料层压降 $\Delta P$ 、转子流量计读数和流量计处所显示的空气温度。

(2) 操作中要随时注意观察塔内现象，一旦出现液泛，立即记下对应空气转子流量计读数。

(3) 根据实验数据在对数坐标纸上标出液体喷淋量为 120 l/h 时的  $(\frac{\Delta P}{Z}) \sim u$  关系曲线，并确定液泛气速，与观察到的液泛气速相比较是否吻合。

4. 二氧化碳吸收传质系数测定：

(1) 关闭吸收液泵 11 的出口阀，启动吸收液泵 11。打开吸收液转子流量计 F4，将流量分别调节为 80 l/h 和 120 l/h。

关闭空气转子流量计 F2， $K_a$  二氧化碳转子流量计 F1 与钢瓶连接。空气 1 m<sup>3</sup>/h，二氧化碳 0.2 m<sup>3</sup>/h

(2) 待吸收液从塔顶喷淋下来，并从吸收塔底的  $\pi$  型管尾部流出后，启动吸收气泵 3，调节转子流量计 F2 到指定流量。

(3) 检查二氧化碳钢瓶减压阀是否关闭。打开二氧化碳钢瓶顶上的针阀，然后将减压阀出口压力调到 0.1 MPa，按二氧化碳与空气的比例在 10~20%左右计算出二氧化碳的空气流量并调节二氧化碳转子流量计 F1 为响应的值。

(4) 保持上述条件运行 15 min 使吸收操作达到稳定状态后，测量塔底吸收液的温度，同时取样测定吸收入塔吸收液、塔底溶液中二氧化碳的含量。

(5) 溶液中二氧化碳含量测定：

用移液管分别移取 0.1 M Ba(OH)<sub>2</sub> 溶液 10 ml 和待测样品溶液 10 ml，放入三角瓶中，用胶塞塞好振荡使之反应，然后加入 2~3 滴酚酞指示剂，用 0.1M 左右的盐酸标准溶液滴定到滴到其脱除红色的瞬时为止。记录盐酸溶液的耗用量。

按下式计算得出溶液中二氧化碳浓度：

$$C_{CO_2} = \frac{2C_{Ba(OH)_2}V_{Ba(OH)_2} - C_{HCl}V_{HCl}}{2V_{\text{溶液}}} \text{ mol} \cdot L^{-1}$$

## 六、实验注意事项

1. 开启钢瓶总阀门前，要先关闭减压阀，阀门开度不宜过大。
2. 实验中要注意保持吸收塔水流量计和解吸塔水流量计数值一致，并随时关注水箱中的液位。两个流量计要及时调节，以保证实验时操作条件不变。
3. 分析取样溶液  $CO_2$  浓度时，滴定操作动作要迅速，以避免  $CO_2$  从液体中溢出导致结果不准确。

## 七、实验数据记录及处理

### 1. 测量并记录实验基本参数

#### (1) 设备参数

塔型：

塔内径  $d =$                       m；

填料层高度  $h =$                       m（或塔板数  $N =$       块）；

填料（塔板）型式：

#### (2) 操作参数

大气压强  $P_0 =$                       MPa；

室温  $T =$                        $^{\circ}C$

#### (3) 分析检验用的化学试剂

$Ba(OH)_2$  溶液浓度  $M_{Ba(OH)_2} =$                        $kmol \cdot m^{-3}$ ；

$Ba(OH)_2$  溶液用量  $V_{Ba(OH)_2} =$                       ml；

盐酸溶液浓度  $M_{HCl} =$                        $kmol \cdot m^{-3}$

## 2. 数据记录与整理

表：填料塔流体力学性能测量（干填料）

( L= 填料层高度 Z= 塔径 D= )				
序号	空气转子流量计读数 (m <sup>3</sup> /h)	填料层压强降 (mmH <sub>2</sub> O)	空塔气速 (m/s)	单位高度填料层 压强降 (mmH <sub>2</sub> O/m)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				

表 2 填料塔流体力学性能测量（湿填料）

( L= 填料层高度 Z= 塔径 D= )					
序号	空气转子流量计读数 (m <sup>3</sup> /h )	填料层压强降 (mmH <sub>2</sub> O)	空塔气速 (m/s)	单位高度填料层 压强降 (mmH <sub>2</sub> O/m)	实验现象
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					

表 3 填料吸收塔传质实验技术数据表

序号	名称	实验数据	实验数据	实验数据
1	填料种类	陶瓷拉西环 or θ环	陶瓷拉西环 or θ环	陶瓷拉西环 or θ环
2	填料层高度 (m)			
3	CO <sub>2</sub> 转子流量计读数 (m <sup>3</sup> / h)			
4	CO <sub>2</sub> 转子流量计处温度 (°C)			
5	空气转子流量计读数 (m <sup>3</sup> / h)			
6	水转子流量计读数 (l / h)			
7	中和 CO <sub>2</sub> 用 Ba(OH) <sub>2</sub> 的浓度 M (mol / L)			
8	滴定用盐酸的浓度 M (mol / L)			
9	滴定塔底吸收液用盐酸的体积 (mL)			
10	滴定塔顶液用盐酸的体积 (mL)			
11	塔底液相的温度 (°C)			
12	液相体积传质系数 K <sub>Xa</sub> (kmol / m <sup>3</sup> h)			
13	吸收率 (%)			

附表一 二氧化碳在水中的亨利系数 E×10<sup>-5</sup>, kPa

气 体	温度, °C											
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	60
CO <sub>2</sub>	0.738	0.888	1.05	1.24	1.44	1.66	1.88	2.12	2.36	2.60	2.87	3.46

附表二 空气转子流量计流量校正公式:

$$\frac{q_{V,2}}{q_{V,1}} = \sqrt{\frac{\rho_1(\rho_f - \rho_2)}{\rho_2(\rho_f - \rho_1)}}$$

式中:

ρ<sub>2</sub> — 实际测定流量时流体 (液体或气体) 的密度;

ρ<sub>1</sub> — 出厂时标定转子流量计所用的流体密度 (液体: 20°C, 1atm 水; 气体: 20°C, 1atm 空气);

ρ<sub>f</sub> — 转子密度 (不锈钢, 7920 kg/m<sup>3</sup>)。

## 实验五 板式精馏塔性能测定

### 一、实验目的：

1. 了解精馏工艺流程和操作规程；
2. 了解板式塔的结构，观察塔内气、液流动状态；
3. 测定精馏塔在全回流下的全塔效率及单板效率；
4. \*测定精馏塔在部分回流下的全塔效率。

### 二、实验原理：

精馏是化工生产中应用最为广泛的分离方法之一。它是利用液体混合物中各组分挥发性的差异，实现其分离的单元操作。精馏操作在精馏塔内完成。精馏塔分为板式塔和填料塔。其中板式塔根据塔板的结构不同，又分为筛板塔、泡罩塔、浮阀塔等。该实验装置采用筛板塔。筛板塔结构简单，造价低，压降小，生产能力大，应用较广泛。

在板式精馏塔中，塔板上液层是气、液两相接触进行物质传递的场所。上升蒸汽相从塔底再沸器上升进入，液相从塔顶回流进入，气、液两相总体上呈逆流接触，在塔板上进行相际传质。传递的结果是液相中易挥发组份汽化进入气相、气相中难挥发组份冷凝进入液相。每块板上气液两相应充分密切接触，为传质提供足够大且不断更新的相际传质表面，尽可能使气液两相逆流流动，以提供最大的传质推动力。

回流是精馏操作实现高纯度分离所必须采用的工程措施。回流比是指从塔顶回流入塔的液体量与塔顶产品量之比，常用  $R$  表示。回流比  $R$  的大小是精馏过程设计和操作的重要参数。回流比的选择直接影响精馏设备设计的结构尺寸。同样在操作过程中  $R$  直接影响精馏塔的分离能力和系统的能耗，是精馏操作的一个重要的控制参数。

回流比有两个极限，全回流和最小回流。全回流操作时，既不向塔中加料，也无任何产品产出，虽从生产角度讲没有任何意义。但是这种操作容易达到稳定，故在装置开工和科学研究中常常采用。对于给定的分离要求，全回流操作所需理论塔板数最少。最小回流比是指对于特定的分离任务在理论板数无穷多时的回流比大小。精馏塔若在最小回流比下操作将达不到预期的分离效果。适宜的回流比是通过经济衡算得出的，通常也根据经验取最小回流比的某一倍数。

精馏塔操作时，应有正常的气液负荷量，避免发生以下不正常操作状况。在下降液体流



量一定的情况下，风速过大将引起大量的液沫夹带，即塔板上的部分液体被上升气流带至上层塔板，严重时会发生夹带液泛，破坏塔的正常操作；而风速较小时，部分液体会从塔板开孔处直接漏下，称为漏液，它使气、液两相不能充分接触。严重的漏液，将使塔板上不能积液而无法正常工作。另外，当气液负荷较大，或塔板上的降液管有堵塞现象时，降液管内液面会过高，导致板上积液，最终会使全塔充满液体，引起溢流液泛，破坏塔的正常操作。

为了简化精馏过程的计算，通常把每一块塔板先假设为理论塔板。理论塔板是指塔板上汽液两相充分混合，传质和传热过程阻力均为零的理想化塔板。因此它满足 1) 离开每一塔板的汽液两相组成达相平衡关系；2) 塔板上汽液两相均匀混合，传热达热平衡。实际塔板与理论塔板的差异采用塔板效率修正。

塔板效率是反映塔板及操作性能好坏的重要指标。影响板效率的因素很多，在塔板类型、分离体系确定的条件下，塔板上的气液流量是影响板效率的主要因素。常用的塔板效率有全塔效率和单板效率。

对于二元物系，如已知其汽液平衡数据（见附录 1），则根据精馏塔的原料液组成，进料热状况，操作回流比及塔顶馏出液组成，塔底釜液组成可以求出该塔的理论塔板数  $N_T$ ，然后按照式 1 求出全塔效率  $E_T$ ，其中  $N_P$  为实际塔板数。

$$E_T = \frac{N_T}{N_P} \times 100\% \quad (1)$$

单板效率  $E_{mL}$  反映单独一块塔板上的传质效率，是评价塔板结构性能优劣的重要指标。

$$E_{mL} = \frac{x_{n-1} - x_n}{x_{n-1} - x_n^*} \quad (2)$$

式中： $E_{mL}$ —以液相浓度表示的单板效率；

$x_{n-1}$ 、 $x_n$ —第  $n$  块板和第  $n-1$  块板液相浓度；

$x_n^*$ —与离开第  $n$  块板的气体相平衡的液相浓度。

### (1) 精馏塔的物料衡算和操作线方程

假定物系满足恒摩尔流假定，则塔内液相恒摩尔溢流，气相恒摩尔汽化。如图 1 虚线框图所示对精馏塔的精馏段做物料衡算得精馏段操作线方程，见式 (3)：

$$Vy_{n+1} = Lx_n + Dx_D$$

定义回流比  $R=L/D$  则有：

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1}x_n + \frac{x_D}{R+1} \quad (3)$$

式中：R-回流比；

L、V-分别为精馏段下降液体、上升蒸汽的摩尔流量，Kmol/h；

$y_{n+1}$ 、 $x_n$ -分别为离开第  $n+1$  块板上升气相组成、离开第  $n$  板的下降液相组成，均为摩尔分率；

$x_D$ -精馏塔顶产品即馏出液组成，摩尔分率。

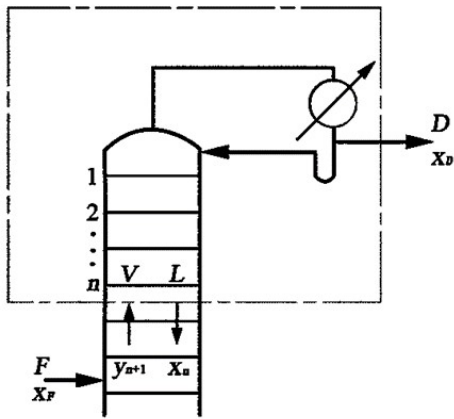


图 1 精馏段物料衡算示意图

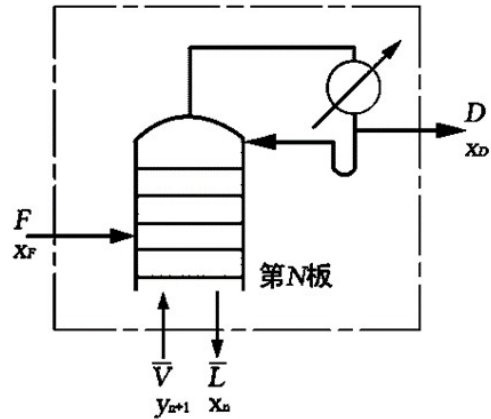


图 2 提馏段物料衡算示意图

如图 2 所示对提馏段做物料衡算得到提馏段操作线方程，见式(4)：

$$\begin{aligned} \bar{V}y_{n+1} - \bar{L}x_n &= Dx_D - Fx_F \\ y_{n+1} &= \frac{\bar{L}}{\bar{V}}x_n - \frac{Wx_W}{\bar{V}} \end{aligned} \quad (4)$$

## (2) 进料热状态和 q 线方程

精馏塔原料可以是多种状态进料，包括冷液进料、饱和液体进料、气液混合物进料等。

分析加料板热状况，通过对加料板做物料衡算、热量衡算，可得出 q 线方程，见（5）式，

同时可分析进料液体量对提馏段液体量的影响大小。q 称为原料的热状态参数。

$$y_q = \frac{q}{q-1}x_q - \frac{x_F}{q-1} \quad (5)$$

进料热状况参数 q 的计算式为

$$q = \frac{C_{pm}(t_{BP} - t_F) + r_m}{r_m} \quad (6)$$

式中：  $t_F$ — 进料温度， $^{\circ}\text{C}$ ；  $t_{BP}$ — 进料的泡点温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

$C_{pm}$  — 进料液体在平均温度  $(t_F + t_P)/2$  下的比热,  $\text{kJ}/(\text{kmol}\cdot^\circ\text{C})$ ;

$r_m$  — 进料液体在其组成和泡点温度下的汽化潜热,  $\text{kJ}/\text{kmol}$ 。

$$C_{pm} = C_{p1} M_1 x_1 + C_{p2} M_2 x_2 \quad (7)$$

$$r_m = r_1 M_1 x_1 + r_2 M_2 x_2 \quad (8)$$

式中:  $C_{p1}$ 、 $C_{p2}$ —分别为纯组份 1 和组份 2 在平均温度下的比热,  $\text{kJ}/(\text{kg}\cdot^\circ\text{C})$ ;

$r_1$ 、 $r_2$ —分别为纯组份 1 和组份 2 在泡点温度下的汽化潜热,  $\text{kJ}/\text{kg}$ ;

$M_1$ 、 $M_2$ —分别为纯组份 1 和组份 2 的摩尔质量,  $\text{kJ}/\text{kmol}$ ;

$x_1$ 、 $x_2$ —分别为纯组份 1 和组份 2 在进料中的摩尔分率。

### (3) 理论板数的计算方法

理论板数的计算方法有图解法、逐板计算法、简捷计算法。全回流理论板数的计算可以用逐板计算法、图解法以及 Fenske' s 方程求解。

图解法的前提是物系满足恒摩尔假定。图解法是逐板计算法在  $x$ - $y$  图上的几何解析。原理是精馏段操作线(3)式是一直线方程, 斜率  $R/(R+1)$ , 当  $y_{n+1} = x_n = x_D$  时方程成立, 经过点  $(x_D, x_D)$ 。提馏段操作线(4)式也是一直线方程, 当  $y_{n+1} = x_n = x_W$  时方程成立, 经过坐标  $(x_W, x_W)$ 。 $q$  线方程实际上是两操作线交点的轨迹方程。交点坐标用  $(x_q, x_q)$  表示。 $q$  线在  $x$ - $y$  图上的斜率是  $q/(q-1)$ , 经过点  $(x_f, x_f)$ 。

全回流时, 回流比  $R$  趋于无穷大, 操作线方程变为:  $y_{n+1} = x_n$ 。与  $x$ - $y$  图上的对角线重合。理论板数的图解计算是在相平衡曲线与对角线之间做直角梯级。见图 3。

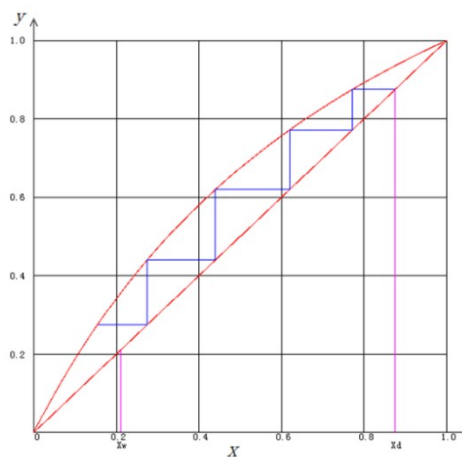


图 3 全回流理论板数图解计算

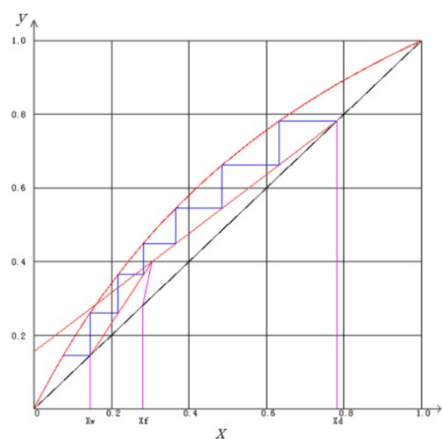


图 4 部分回流理论板数的图解计算

### 三、工艺流程及装置

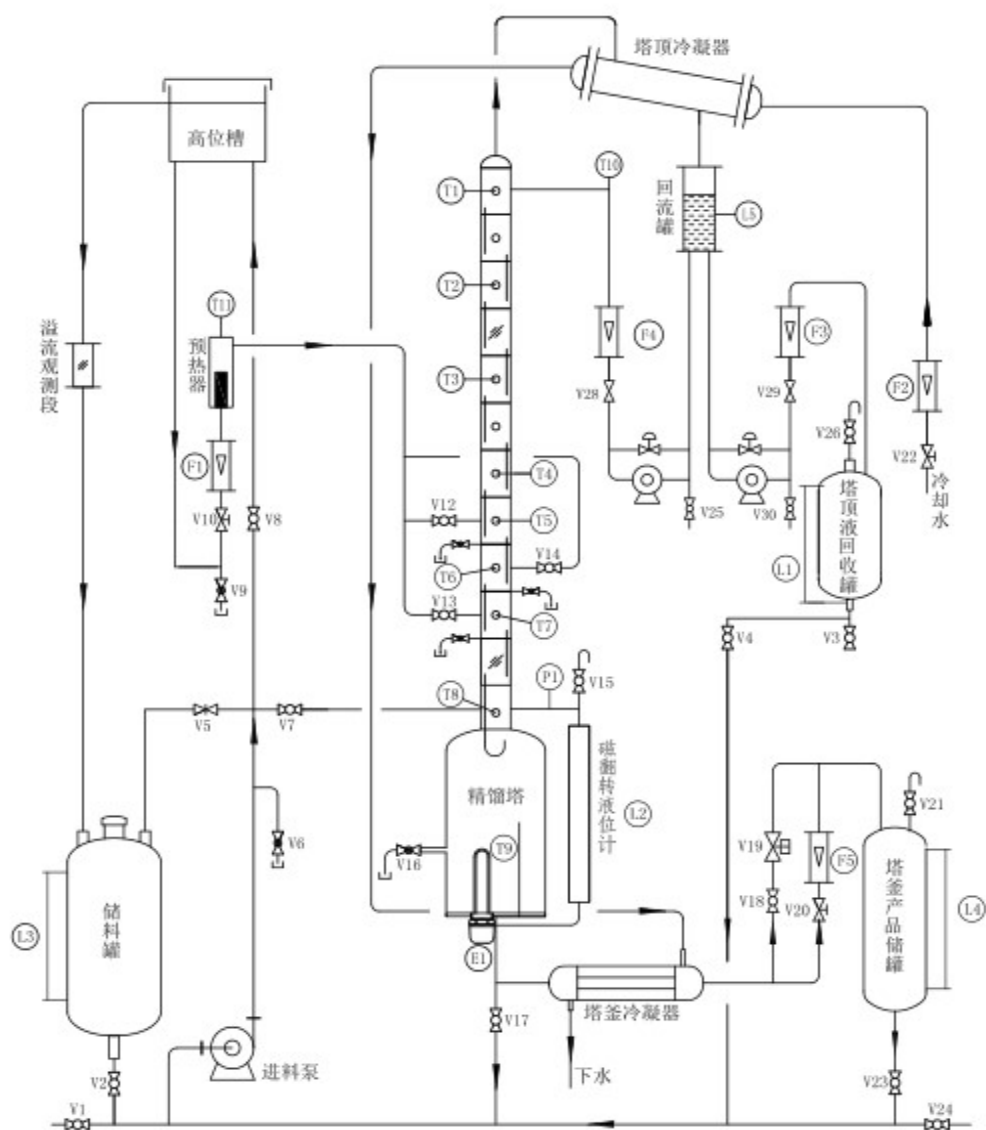


图 5-1 精馏实验装置流程图

V5—泵回路循环阀；V7—塔釜直接进料阀；V8—高位槽进料阀；V6—原料取样；V16—塔釜取样阀；V4,V17,V23—分别为塔顶产品储罐、塔釜、塔底产品储罐液体排空阀；V19—电磁阀；V25—塔顶产品取样阀；V15,V21,V26—分别为塔釜、塔釜产品罐、塔顶产品罐放空阀；L2—塔釜磁翻转液位计。

**表 1 精馏实验装置主要设备、型号及结构参数**

序号	位号	名 称	规格、型号
1		触摸屏	阿普奇
2		筛板精馏塔	11 块塔板、塔内径 d=50 mm、板间距 120 mm
3		原料罐	φ300 mm×高 400 mm
4		高位槽	长 200 mm×宽 100 mm×高 200 mm
5		玻璃回流罐	φ60×2 mm、高 100 mm
6		玻璃塔顶产品采出罐	φ150×5 mm、高 260 mm
7		玻璃塔釜残液罐	φ150×5 mm、高 260 mm
8		玻璃观测罐	φ60×2 mm、高 100 mm
9		进料泵	不锈钢离心泵
10		玻璃进料预热器	φ80 mm、长 100 mm、电加热最大功率 250 W
11		塔顶冷凝器	φ89 mm、长 600 mm
12		塔釜冷却器	φ76 mm、长 200 mm
13		再沸器	φ140 mm、高 400 mm、电加热最大功率 2.5 kW
14	T1	塔顶温度	PT100、温度传感器、远传显示
15	T2	第 3 块板温度	PT100、温度传感器、远传显示
16	T3	第 4 块板温度	PT100、温度传感器、远传显示
17	T4	第 5 块板温度	PT100、温度传感器、远传显示
18	T5	第 6 块板温度	PT100、温度传感器、远传显示
19	T6	第 7 块板温度	PT100、温度传感器、远传显示
20	T7	第 8 块板温度	PT100、温度传感器、远传显示
21	T8	塔釜汽相温度	PT100、温度传感器、远传显示
22	T9	塔釜液相温度	PT100、温度传感器、远传显示
23	T10	回流液温度	PT100、温度传感器、远传显示
24	T11	进料预热器温度	PT100、温度传感器、远传显示和控制
25		电能传感器（电表）带表	0-5 kW

26		水表传感器及显示	AI-501FS
27		进料温度 T11 测量、控制仪表	AI519 数显控制仪表
28	P1	塔釜压力	0-6 kPa
29	L1	原料罐液位	玻璃管液位计
30	L2	塔顶产品采出罐液位	玻璃管液位计
31	L3	塔釜残液罐液位	玻璃管液位计
32	L4	再沸器液位	<b>磁翻转液位计</b> ：0-580 mm、远传显示和控制
33	L5	回流罐液位	AI-501FV24S
34	F1	进料流量	LZB-4(1-10)
35	F2	冷却水流量	LZB-10(16-160)
36	F3	釜残液出料流量	LZB-4(1-10)
37		回流泵	MG204XK/AC380 (180 W、50-800 mL/min、5bar、 转速 2800 rpm)
38		采出泵	

## 四、实验方法及步骤：

### 1.实验前检查准备工作：

(1) 配制一定浓度(质量浓度 15~20%左右)的无水乙醇—正丙醇混合液(总容量 15 ~ 20 L)，倒入原料罐；

(2) 调节并记录阿贝折光仪配套的恒温水浴的温度，准备好取样用注射器和镜头纸；

(3) 熟悉工艺流程，了解掌握工艺管路中阀门、液位计、流量计的名称和功用，熟悉并掌握离心泵、蠕动泵的操作规程及注意事项；

(4) 检查装置上的各个阀门是否均已处于相应的启闭状态，打开总电源开关，仪表设备通电预热；

(4) 启动进料泵开关，打开直接进料阀门 V7，全开塔釜排气阀 V15，向精馏釜内加料到指定高度 **(塔釜液位至少塔釜高度 2/3 处，液位计显示约 350~400mm。)** 而后关闭直接进料阀门 V7 和进料泵，关闭阀门排气阀 V15。

### 2. 全回流操作：

(1) 首先启动进料离心泵，然后全开塔釜排气阀 V15，徐徐打开直接进料阀门 V7，向精馏塔釜内加料到指定高度 **(塔釜液位一般维持在塔釜高度 2/3 处，液位计显示约**

350~400 mm) 后，关闭直接进料阀门 V7 和进料泵，关闭阀门排气阀 V15。

(2) 打开塔顶冷凝器进水阀门 V22，保证冷却水足量(80~120 L/h)；

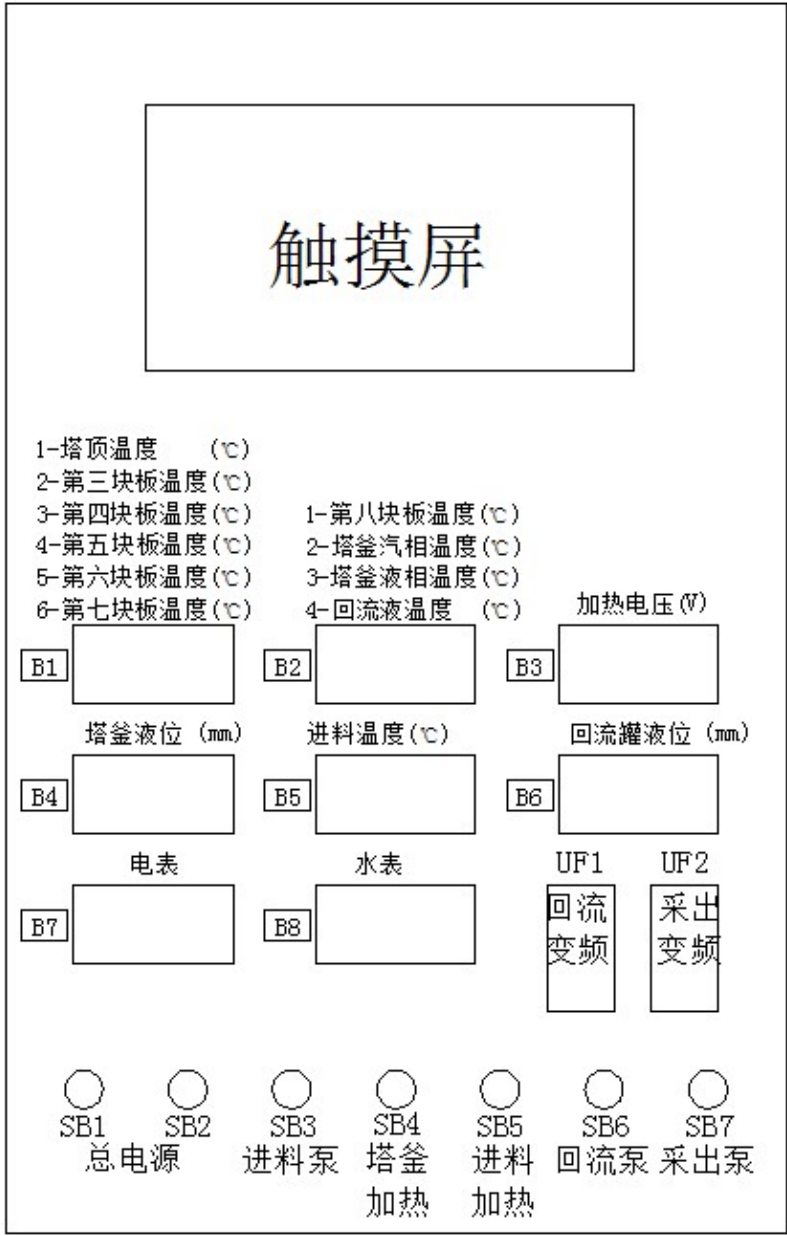


图 5-2 精馏设备仪表面板图

(3) 调节加热电压约为 130 V 左右，启动塔釜加热开关，开始加热；

(4) 当观察到塔板上鼓泡均匀，回流罐有液体流出并积累一定高度（建议 80 mm 左右）后，打开回流泵，稳定回流流量（约 4~8 L/h），保持加热釜电压不变，实时监控设备运行情况，冷却水量、回流量等相关操作参数要维持恒定，随时观察塔内气液流动情况，直至操作稳定设备达稳定运行状态。

(5) 设备稳定后, 记录相关数据, 然后分别在原料、塔顶、塔釜(高温!!!)、塔板上取样口用 50 mL 三角瓶同时取样(取样前先放出设备内可能有的存量液体, 提高测量准确度), 通过阿贝折射仪分析样品组成。

### 3. 部分回流操作

(1) 待全回流测量完毕后, 准备由全回流调节到部分回流操作;

(2) 开始进料: 启动进料泵, 打开间接进料阀门 V8(安全起见, 建议半开, 注意泵的开机顺序)。先向高位槽送料, 观察高位槽有溢流后可停泵。选择好塔体进料位置, 并打开阀门 V13(或 V12、V14), 调节 F1 转子流量计, 以一定的流量(建议范围 2.0~4.0 L/h)向塔内加料;

(3) 塔顶出料: 打开采出泵, 调节回流量或采出量控制流量比/回流比为一定值(建议 2~4 之间), 同时要注意稳定回流罐液位, 出料前全开塔顶产品储罐放空阀 V26, 塔顶馏出液收集在塔顶液回收罐中。(当塔顶产品有流出后可关闭放空阀 V26, 避免挥发损失);

(4) 塔釜出料: 打开塔釜产品储罐放空阀 V21, 开启 F5 塔釜出料流量计。有产品流出后关闭放空阀;

(5) 操作调节: 维持回流罐液位高度, 保持一定的回流比, 保证进出平衡, 维持塔釜液位恒定。

待操作稳定后, 记录有关数据, 分别在塔顶、塔釜和进料处取样, 用阿贝折光仪分析其组成, 并记录进塔原料液的温度。

### 4. 实验结束:

(1) 测取好实验数据并检查无误后可停止实验, 此时关闭进料阀门, 停泵, 关闭加热开关, 关闭回流比调节器开关;

(2) 停止加热后 10 分钟再关闭冷却水, 一切复原。

(3) 整理卫生, 检查相关水、电是否关闭, 经实验室老师确认方可离开。

### 五、实验注意事项:

1. 由于实验所用物系属易燃物品, 所以实验中要特别注意安全, 操作过程中避免洒落以免发生危险;

**带磁物体请远离塔釜磁翻转液位计!!**

2. 本实验设备加热功率由仪表自动调节, 注意控制加热升温要缓慢, 以免发生爆沸(过冷沸腾)使釜液从塔顶冲出。若出现此现象应立即断电, 重新操作。升温和正常操作过程中釜的加热电功率不能过大;



3. 开车时要先接通冷却水再向塔釜供热，停车时操作反之；
4. 任何泵启动前，必须反复确认相关阀门相应的启闭状态及开关顺序！
5. 设备运行中要随时监控相关仪表读数是否正常！
6. 为便于对全回流和部分回流的实验结果(塔顶产品质量)进行比较，应尽量使两组实验的加热电压及所用料液浓度相同或相近。连续开实验时，应将前一次实验时留存在塔釜、塔顶、塔底产品接受器内的料液全部倒回原料液储罐中循环使用。

## 六、实验数据记录与处理

### 1、实验数据记录

电表读数：初始（                      ）结束（                      ）

水表读数：初始（                      ）结束（                      ）

表 2 实验数据记录表

	全回流	回流比 (R=        )
进料量, L/h	/	
塔顶出料, L/h	/	
塔釜出料, L/h	/	
回流量 L, L/h		
冷却水量, L/h		
原料液折光率 $D_f$		
塔顶回流液折光率 $D_d$		
釜液折光率 $D_w$		
进入第 n 块板的液折光率 $D_{n-1}$		//
离开第 n 块板的液折光率 $D_n$		//
进料温度 $T_f$ , °C		
塔顶温度 $T_d$ , °C		
塔釜温度 $T_w$ , °C		
板 2 温度 $T_2$ , °C		
板 3 温度 $T_3$ , °C		

板 4 温度 $T_4$ , $^{\circ}\text{C}$		
板 5 温度 $T_5$ , $^{\circ}\text{C}$		
板 6 温度 $T_6$ , $^{\circ}\text{C}$		
板 7 温度 $T_7$ , $^{\circ}\text{C}$		
板 8 温度 $T_8$ , $^{\circ}\text{C}$		
塔底压强, KPa		
塔釜加热电压, V		
塔釜液位, mm		
回流罐液位, mm		

## 2. 实验数据处理

有关计算方法查看附录二。举例写出计算过程。

表 3 全回流下的单板效率及全塔效率测定

塔顶回流液组成 $X_d$ , 摩尔分数	
釜液组成 $X_w$ , 摩尔分数	
进入第 $n$ 块板的液体组成 $X_{n-1}$ , 摩尔分数	
离开第 $n$ 块板的液体组成 $X_n$ , 摩尔分数	
与 $y_n$ ( $y_n=X_{n-1}$ )成相平衡的液体组成 $x_n^*$	
理论塔板数 $N$	
全塔效率 $E$	
单板效率 $E_{ml}$	

表 4 部分回流下的全塔效率的测定

回流比 $R$		
塔顶回流液组成 $X_d$ , 摩尔分数		
釜液组成 $X_w$ , 摩尔分数		
理论塔板数 $N$		
全塔效率 $E$		

## 附录 1 相平衡数据

表 5 乙醇—正丙醇相平衡关系  $t$ - $x$ - $y$  数据

$t/^{\circ}\text{C}$	97.60	93.85	92.66	91.60	88.32	86.25	84.98	84.13	83.06	80.50	78.38
$x$	0	0.126	.188	0.210	0.358	0.461	0.546	0.600	0.663	0.884	1.0
$y$	0	0.240	0.318	0.349	0.550	0.650	0.711	0.760	0.799	0.914	1.0

乙醇沸点: 78.3°C; 正丙醇沸点: 97.2°C.

表 6 温度—折光指数—液相组成之间的关系

	0	0.05052	0.09985	0.1974	0.2950	0.3977	0.4970	0.5990
25°C	1.3827	1.3815	1.3797	1.3770	1.3750	1.3730	1.3705	1.3680
30°C	1.3809	1.3796	1.3784	1.3759	1.3755	1.3712	1.3690	1.3668
35°C	1.3790	1.3775	1.3762	1.3740	1.3719	1.3692	1.3670	1.3650

(续表 3)

	0.6445	0.7101	0.7983	0.8442	0.9064	0.9509	1.000
25°C	1.3607	1.3658	1.3640	1.3628	1.3618	1.3606	1.3589
30°C	1.3657	1.3640	1.3620	1.3607	1.3593	1.3584	1.3574
35°C	1.3634	1.3620	1.3600	1.3590	1.3573	1.3653	1.3551

30°C下质量分率与阿贝折光仪读数之间关系也可按下列回归式计算:

$$W = 58.8441 - 42.6132 \times n_D$$

其中:  $W$  为乙醇的质量分数,  $n_D$  为折光仪读数 (折光指数),

通过质量分数可求出摩尔分数( $X_A$ ), (乙醇分子量  $M_A=46$ , 正丙醇分子量  $M_B=60$ )

## 实验六 流化床干燥实验

### 一、实验目的

1. 了解流化床干燥的基本流程、工作原理及操作方法；
2. 掌握干燥器干燥速率曲线的测定方法；
3. 掌握流化曲线的测定方法及工程意义。

### 二、实验原理

干燥是利用热量去湿的一种操作。在干燥过程中，干燥介质将热量传给湿物料，使得湿物料表面的水分气化蒸发掉，而同时湿物料内部的水分又不断传递到表面。所以干燥过程是热、质同时进行的单元操作，过程比较复杂，因此干燥速率问题通常依赖实验方法解决。

流化干燥又称沸腾干燥，是固体流态化技术在干燥上的应用。干燥介质热空气自下而上通过固体物料颗粒堆成的床层时，若气速较低，则颗粒仍维持相互接触，气流从颗粒间空隙流过，此种床层称为固定床。当气速  $u$  提高到大于某一临界值  $u_{mf}$ （称为初始流化速度）后，颗粒脱离其原来的位置而在流体中浮动，并在床内向各方向运动，此种床层称为流化床。在流化床中，湿固体物料充分分散，物料颗粒在气流中作不规则运动，互相混合和碰撞，与热空气进行传热与传质而达到干燥的目的。

干燥实验的目的，主要是测定干燥曲线和干燥速度曲线。实验通常是在恒定的干燥条件下进行，即采用大量的空气以干燥少量的物料，空气进出干燥器时的状态如温度、湿度以及气速、空气的流动方式基本不变。本实验以热空气为加热介质，以硅胶颗粒为被干燥物。

通常，湿物料的含水量  $X$  以干基为基准表示：

$$X = \frac{G - G_c}{G_c}$$

式中：

$X$ —物料干基含水量，kg 水/kg 绝干物料；

$G$ —固体湿物料的量，kg；

$G_c$ —绝干物料的量，kg。

干燥曲线是表示物料含水量  $X$  及物料表面温度  $T$  与干燥时间  $\tau$  的关系曲线。干燥速度曲线是表示干燥速度  $U$ （kg 水 / m<sup>2</sup>·h）（或  $U'$ （kg 水 / kg 干物料·h））与物料含水量  $X$  之间关系的曲线，或称干燥速率曲线。

$$U = \frac{dW}{G_c d\tau} = \frac{\Delta W}{G_c \Delta \tau} = -\frac{\Delta X}{\Delta \tau}$$

式中：  $U$ —干燥速率，kg 水 / kg 干物料·h；

$\Delta\tau$ —时间间隔, h;

$\Delta W$ — $\Delta\tau$ 时间间隔内干燥汽化的水分量, kg。

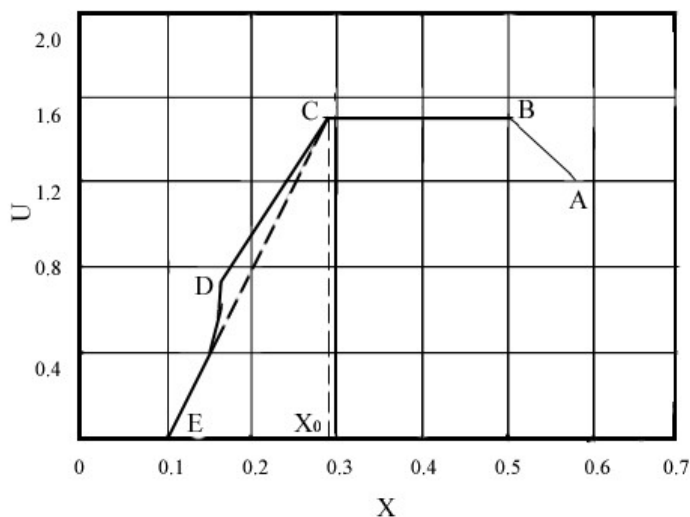


图 6-1 干燥速率曲线

对于不同的物料和不同的颗粒大小或不同厚薄的同样物料以及不同设备形式,干燥曲线与干燥速度曲线的形状是不同的。但是无论何种干燥情况,干燥速度曲线都可以明显地分为两个阶段。如图 1 所示,ABC 段为恒速干燥段(在开始有很短的预热 AB 段)。在此阶段内,由于物料的湿含量较大,其内部的水分能迅速地达到物料表面,使得表面一直有液态水存在,物料表面的温度等于热空气的湿球温度,传入的热量只用来蒸发物料表面的水分,干燥速率为物料表面水分的汽化速率控制。因此在恒定的干燥条件下,干燥速率基本不随物料的含水量而变。CDE 段为降速干燥阶段,BC 段和 CDE 段的交点 C 称为临界点,其相应的横坐标值称为临界湿含量  $X_c$ 。当物料被干燥达到临界湿含量后,水分自物料内部向表面传递的速率低于物料表面水分气化速率,干燥速率为水分在物料内部的传递速率所控制。随着物料湿含量逐渐减少,物料内部水分的迁移速率也逐渐减少,故干燥速率不断下降。干燥速度曲线与横坐标交点的横坐标值称为平衡湿含量  $X^*$ 。

干燥特性曲线、临界含水量均显著地受到物料和热风接触状态(与干燥器的种类有关)、固体物料的种类和性质、固体物料的厚度及颗粒尺寸等的影响。

干燥速度曲线在干燥器的选用、设计和操作中有重要意义。根据干燥曲线,可以估计干燥器的生产能力,有针对性地提出强化干燥的措施。

### 三、实验装置

#### 1.实验装置流程图

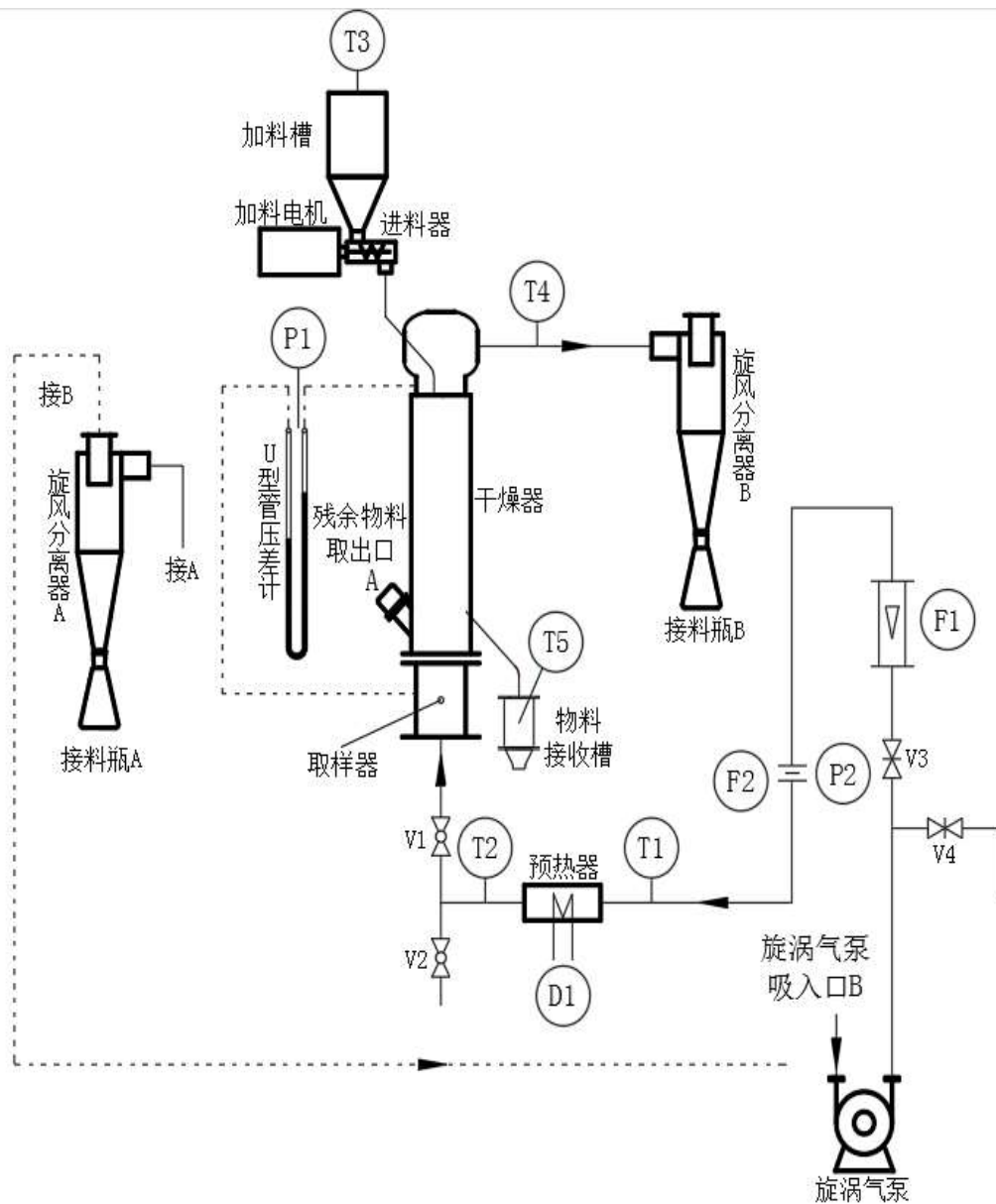


图 6-2 流化床干燥实验装置流程示意图

T1-空气进预热器温度；T2-预热器空气出口温度；T3-物料入口温度；T4-干燥器空气出口温度；T5-物料出口温度；F1-转子流量计；F2-孔板流量计；P1-干燥器压差；P2-孔板流量计压差；D1-加热器用电量；V1-空气切断阀；V2-放空阀；V3-流量调节阀门；V4-旁路调节阀。

## 2.实验装置面板图

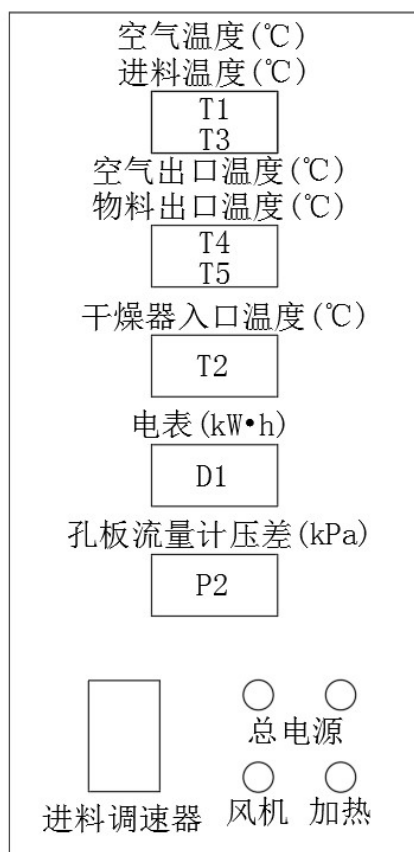


图 6-3 流化床干燥实验装置面板图

### 3.实验装置主要技术参数表：

表 1 流化床干燥实验装置主要设备及仪器型号

序号	位号	设备名称	规格、型号
1		玻璃干燥器	Φ110×300 mm
2	F1	转子流量计	LZB-40; 4-40 m³/h
3	P1	U 型管压差计	0-300 mm
4	F2	孔板流量计	孔径φ17 mm; 孔流系数 0.65
5	P2	孔板压差显示仪表	501FV24
6		孔板压差传感器	0-10 kPa
7		物料接受槽	Ø110×160 mm
8		风机	XGB-12
9	D1	加热器	1.5 KW
10		电表	220 V; 501F
11	T1-T5	温度显示	702FJ0J0
12		温度控制	519FG

13		温度传感器	Pt100
14		进料电机	YN90-90; 带减速、最大转速 (10 rpm)
15		进料调速盒	US-52
16	V1-V4	阀门	

本实验采用流化床干燥器，以热空气气流干燥湿硅胶颗粒。来自风机的空气经空气预热器加热后，进入流化床底部。热空气自下而上流过湿物料层，将物料流态化和干燥，废气上升至床层顶部的气固分离段沉积下所夹带的固体物料，再经旋风分离器除尘后放空。

空气的流量由流量调节阀门调节，并分别由转子流量计和孔板流量计计量。

湿物料的含水量采用烘干称重法测定。其测定方法为：

抽取一定量的试样置于称量瓶中，称其重量，记为  $w_1$

$$w_1 = w_0 + w_1'$$

$w_0$  为称量瓶重，g； $w_1'$  为样品（湿物料）重，g。

将试样称量瓶置于烘箱中，在 170℃ 下烘干 20-30 min，再将试样瓶取出称重，并标记为  $w_2$

$$w_2 = w_0 + w_2'$$

$w_2'$  为干物料重，g。

则  $w_2' = w_2 - w_0$

样品中水分含量为：  $\Delta w = w_2 - w_1$

样品的干基含水量：  $X = \frac{\Delta w}{w_2}$

## 四、实验方法与步骤

### 1. 准备工作：

- (1) 对照流程图，熟悉装置结构和流程，检查测定仪表及调节阀门等是否正常。
- (2) 将干燥箱及电子天平开启，并处于待用状态。准备好十个称量瓶编号并称重备用。
- (3) 从准备好的湿硅胶颗粒中称取 350-400g 左右，徐徐加入流化床干燥器，关闭加料口。

### 2. 测定干燥速率曲线



(1) 空气预热：确保风机放空阀 V4 处于开启状态。打开调节阀 V3 和 V2，关闭阀门 V1 以防空气提前进入系统。

启动风机，开启加热，空气温度逐渐升高直至稳定在 60℃。

(2) 空气温度稳定后，准确调节流量在 15-20 m<sup>3</sup>/h 范围内，可确保床层中颗粒层处于良好流化状态。阀门 V2 关闭、阀门 V1 打开，热空气进入干燥器开始干燥，并计时，每间隔一定时间取样测量水分含量。

(3) 取样，用取样管（推入或拉出）取样，注意标记取样管的开口方向。每隔 5 min 取样一次，取出的样品放入称量瓶中，称重。取样同时，记录一次干燥器空气入口温度和出口温度。共做 10 组数据，即可结束取样。做完后，关闭空气预热器加热电源开关，停止加热，关闭风机电源。

(4) 烘干，取样结束，将试样称量瓶称重后打开盖子即置于烘箱中，在 170℃ 下烘干。再将试样瓶取出称重，记录数据。

### 3. 测定流化曲线

流化曲线是指床层压降随空塔气速的变化关系曲线。一般用双对数坐标表示。测定流化曲线的目的是测定流化气速  $u_{mf}$  的大小。

待床层冷却后，将气量控制阀 V3 开至最小，重新启动风机，并调节控制阀开度（逐渐变大），每次改变开度（改变风速）并等待稳定数分钟后，同时记录空气流量、孔板流量计压差及床层压降，直至床层内物料呈完全流化态后再测试 3-5 次，共约 15-20 组数据。

实验结束后，连接相关管路，用漩涡气泵吸气方法取出干燥器内剩余物料至接料瓶 A。

关停风机，关闭电源，一切复原（包括将所有物料都放在一个容器内）。

## 五、实验注意事项：

1. 实验中风机旁路阀门 V4 不要全关。放空阀 V2 实验前后应全开，实验中应全关。
2. 注意节约使用硅胶并严格控制加水量，水量不能过大，小于 0.5 毫米粒径的硅胶也可用来做为被干燥的物料，只是干燥过程中旋风分离器不易将细粉粒分离干净而被空气带出。
3. 本实验设备和管路均未严格保温，目的是便于观察流化床内颗粒干燥的过程，所以热损失比较大。

## 六、实验数据与处理

实验日期：\_\_\_\_年\_\_\_\_月\_\_\_\_日；      室温：\_\_\_\_℃；      空气流量：\_\_\_\_m<sup>3</sup>/h；  
空气温度：\_\_\_\_℃；      初始电表值：\_\_\_\_kW·h； 实验结束电表值：\_\_\_\_kW·h；  
孔板流量计压差：\_\_\_\_kPa。

表 2 干燥速率曲线数据记录表

[illegible]

表3 流化曲线测定数据记录表

表3 流化曲线测定数据记录表

[illegible]

3. 绘制被干燥物料的床层压降与空气流速的关系曲线  $\log \Delta P \sim \log w$ ;
4. 将实验数据点  $X \sim \tau$  标绘在直角坐标纸上, 并圆滑地绘出干燥曲线;
5. 将实验数据点  $U \sim X$  在直角坐标纸上标绘出湿物料的干燥速率曲线, 并确定临界含水量  $X_c$ 。
6. 对实验结果进行分析讨论, 论述所得结果的工程意义。

## 七、思考题

1. 什么是恒定干燥条件?
2. 流化床干燥有什么优点?
3. 测定干燥速率曲线有什么理论或应用意义?
4. 在恒速干燥阶段, 物料温度和干燥时间的关系是什么? 为何如此?

# 实验七 萃取塔性能测定

## 一、实验目的

1. 了解萃取塔的基本构造、萃取过程的基本流程及其操作；
2. 掌握萃取原理和萃取塔的计算；
3. 学习和掌握萃取塔传质性能的测定方法及传质强化方法。

## 二、实验原理

液-液萃取是分离和提纯物质的重要单元操作之一，是利用混合物中各组分在外加溶剂中的溶解度不同而实现分离的单元操作。加入的溶剂称为萃取剂（S），原料液中易溶于溶剂的组分称为溶质（A），难溶于溶剂的组分称为原溶剂（B）。萃取操作时，一定量的萃取剂和原料液被同时加入萃取设备（如萃取塔）中，在外力作用下充分混合，溶质通过相界面由原料液向萃取剂中扩散。通常萃取过程中一个液相为连续相，另一个液相以液滴的形式分散于连续的液相中，称为分散相。液滴表面积即为两相接触的传质面积。

本实验以水为萃取剂，从煤油中萃取苯甲酸。水相为萃取相（连续相、重相，用字母 E 表示），煤油相为萃余相（分散相、轻相，用字母 R 表示）。萃取过程分别在桨叶式旋转萃取塔和脉冲筛板萃取塔中进行。其中煤油相由塔底进入，作为分散相向上流动，经塔顶分离段分离后由塔顶流出；水相由塔顶进入作为连续相向下流动至塔底经 $\pi$ 形管流出；轻重两相在塔内呈逆向流动，如图 1 所示。在萃取过程中，苯甲酸部分地从萃余相转移至萃取相。萃取相及萃余相进出口浓度  $Y_{Et}$ 、 $Y_{Eb}$ 、 $X_{Eb}$ 、 $X_{Et}$  由容量分析法测定。

对于液-液萃取体系，两相间的密度差较小，界面张力也不大，因此在过程进行中能用于强化传质的惯性力不大。为了提高液-液萃取设备的传质效率，常常从外界向体系加入能力，如搅拌、脉动和振动等。

对于振动筛板萃取塔和转盘萃取塔等微分接触的传质设备，往往采用传质单元数和传质单元高度来进行计算。考虑到水与煤油是完全不互溶的，且苯甲酸在两相中的浓度都很低，可认为在萃取过程中两相液体的体积流量不发生变化。因此，对本实验萃取过程可以进行如下计算：

1. 按萃取相计算传质单元数  $N_{OE}$ ：

$$N_{OE} = \int_{Y_{Et}}^{Y_{Eb}} \frac{dY_E}{(Y_E^* - Y_E)} \quad (1)$$

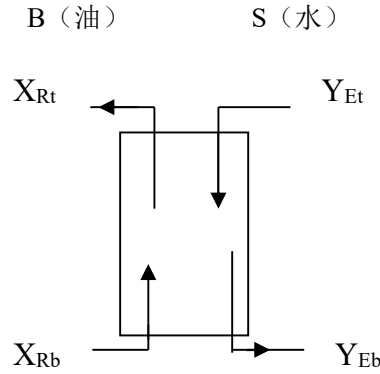


图 7-1 液-液萃取过程示意图

式中： $Y_{Et}$ —进入塔顶的萃取相中苯甲酸的质量比组成，kg 苯甲酸/kg 水，本实验中  $Y_{Et}=0$ ；

$Y_{Eb}$ —离开塔底的萃取相中苯甲酸的质量比组成，kg 苯甲酸 / kg 水；

$Y_E$ —塔内任一高度处萃取相中苯甲酸的质量比组成，kg 苯甲酸 / kg 水；

$Y_E^*$ —塔内任一高度处与萃余相中苯甲酸组成  $X_R$  成平衡的萃取相中苯甲酸的质量比组成，kg 苯甲酸/kg 水。

由  $Y_E-X_R$  图上的分配曲线（平衡曲线）与操作线可求得  $\frac{1}{(Y_E^* - Y_E)} - Y_E$  关系，然后进

行图解积分可求得  $N_{OE}$ 。对于水～煤油～苯甲酸物系， $Y_E-X_R$  平衡曲线可由实验测定得出（表

2）。具体计算过程为：

（1）塔底轻相入口浓度  $X_{Rb}$

$$X_{Rb} = \frac{V_{NaOH} \times N_{NaOH} \times M_{\text{苯甲酸}}}{V_{\text{油相}} \times \rho_{\text{油相}}}$$

（2）塔顶轻相出口浓度  $X_{Rt}$

$$X_{Rt} = \frac{V_{NaOH} \times N_{NaOH} \times M_{\text{苯甲酸}}}{V_{\text{油相}} \times \rho_{\text{油相}}}$$

（3）塔顶重相入口浓度  $Y_{Et}$

本实验中使用自来水，故视  $Y_{Et}=0$

（4）塔底重相出口浓度  $Y_{Eb}$

$$Y_{Eb} = \frac{V_{NaOH} \times N_{NaOH} \times M_{\text{苯甲酸}}}{V_{\text{水相}} \times \rho_{\text{水相}}}$$

(5) 在画有平衡曲线的  $Y_E-X_R$  图上画出操作线。因为操作线必然通过塔底  $(X_{Rb}, Y_{Eb})$  和塔顶  $(X_{Rt}, Y_{Et})$  两点, 故在  $Y_E-X_R$  图上找出以上两点, 连结两点即为操作线。在  $Y_E=Y_{Et}=0$  至  $Y_E=Y_{Eb}$  之间, 任取一系列  $Y_E$  值, 可由操作线找出一系列的  $X_R$  值, 再根据平衡曲线找出一系列的  $Y_E^*$  值, 并计算出一系列的  $\frac{1}{(Y_E^*-Y_E)}$  值。然后在直角坐标方格纸上, 以  $Y_E$  为横坐标,  $\frac{1}{(Y_E^*-Y_E)}$  为纵坐标, 绘制  $\frac{1}{(Y_E^*-Y_E)} \sim Y_E$  关系曲线。在  $Y_E=0$  至  $Y_E=Y_{Eb}$  之间的曲线以下的面积即为按萃取相计算的传质单元数。

$$N_{OE} = \int_{Y_{Et}}^{Y_{Eb}} \frac{dY_E}{(Y_E^* - Y_E)}$$

2. 按萃取相计算的传质单元高度  $H_{OE}$ :

$$H_{OE} = H / N_{OE}$$

$H$  (0.75 m) 为萃取塔的有效传质高度, 即塔底轻相入口管到塔顶两相界面之间的距离。

3. 按萃取相计算的体积总传质系数

$$K_{YEa} = S / H_{OE} \times A$$

$S$  为水流量,  $A$  为塔横截面积。

### 三、实验装置

#### 1. 实验装置流程图

实验装置的流程示意图见图 2。萃取塔分别为桨叶式旋转萃取塔和脉冲筛板萃取塔。塔身为硬质硼硅酸盐玻璃管, 塔顶和塔底的玻璃管端扩口处, 分别通过增强酚醛压塑法兰、橡皮圈、橡胶垫片与不锈钢法兰连结。桨叶式旋转萃取塔内有 16 个环形隔板将塔分为 15 段, 相邻两隔板的间距为 40 mm, 每段的中部位置各有在同轴上安装的由 3 片桨叶组成的搅动装置。搅拌转动轴的底端有轴承, 顶端亦经轴承穿出塔外与安装在塔顶上的电机主轴相连。电动机为直流电动机, 通过调压变压器改变电机电枢电压的方法作无级变速。操作时的转速由指示仪表给出相应的电压。筛板塔内在中心轴上装有 16 块塔板, 板间距为 40 mm。中心轴通过传动和减速机构, 由电机驱动使筛板在塔内进行往复运动。在转盘塔和筛板塔的下部和上部轻重两相的入口管分别在塔内向上或向下延伸约 200 mm, 分别形成两个分离段, 轻重两相将在分离段内分离。萃取塔的有效高度  $H$  则为轻相入口管管口到两相界面之间的距离。

离。

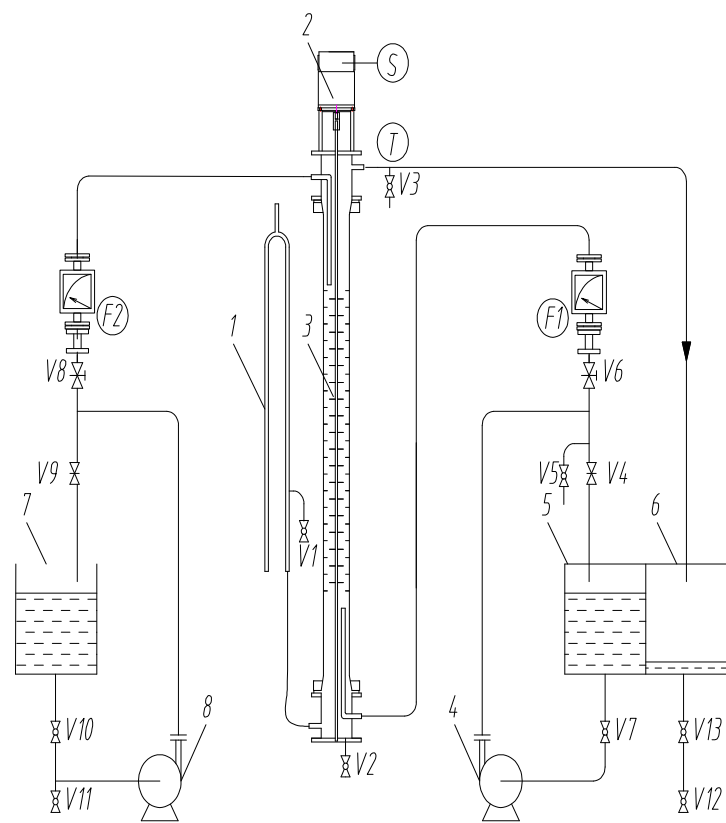


图7-1萃取实验装置流程示意图

1- $\pi$ 型管；2-电机；3-萃取塔；4-煤油泵；5-煤油箱；6-煤油回收箱；7-水箱；8-水泵；  
F1-煤油流量计；F2-水流量计；V1 至 V13-阀门

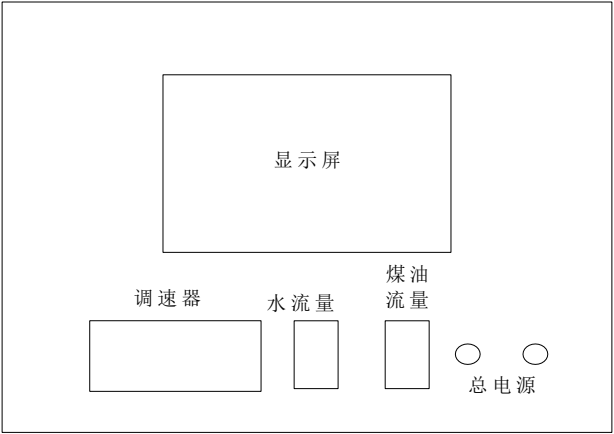


图 7-2 实验设备面板示意图

2.实验装置主要技术参数

- (1) 萃取塔：塔径  $D=37\text{ mm}$ ，塔高 $=1000\text{ mm}$ ，塔的有效萃取高度  $H=750\text{ mm}$ ；
- (2) 水泵、油泵：CQ 型磁力驱动泵，型号 16CQ-8，电压 380V，功率 180W，扬程 8 米，流量 30 升/分，转速 2800 转/分；
- (3) 金属管浮子流量计：F56/P1/F/S4/P10A/L，流量 1-10 L/h，精度 1.5 级；
- (4) 无级调速器：调速范围 0-800 转/分，调速平稳；
- (5) 联想电脑：i5，4G，500G，光驱，19"液晶；

## 四、实验方法与步骤

1. 将水箱 7 加水至水箱 3/4 处，将配有 2‰苯甲酸的煤油溶液加入到油箱 5。
  2. 检查所有阀门处于关闭状态，全开煤油泵入口阀 V7，启动轻相煤油泵 4，将轻相煤油回流阀 V4 缓慢打开，使苯甲酸煤油溶液混合均匀；
  3. 所有阀门处于关闭状态，全开水相泵入口阀 V10，启动重相水泵 8 将重相水回流阀 V9 缓慢打开使其循环流动。调节水转子流量计 F2，将水相(连续相、重相)送入塔内。当塔内水面快上升到重相入口与轻相出口间中点时，将水流量调至指定值 (4L/h)，并缓慢改变 $\pi$ 形管高度使塔内液位稳定在重相入口与轻相出口之间中点左右的位置上；
  4. 将轻相（分散相、煤油）F1 流量调至指定值（约 6L/h），并注意及时调节 $\pi$ 形管高度。在实验过程中，始终保持塔顶分离段两相的相界面即油水分界面位于重相入口与轻相出口之间中点左右；
  5. 将调速装置的旋扭调至零位，然后接通电源，开动电动机并调至某一固定的转速（桨叶式旋转塔转速在 100~400 rpm 之间，筛板塔在 30~80 rpm 之间）。调速时应小心谨慎，慢慢地升速，绝不能调节过量致使马达产生“飞转”而损坏设备；
- 注意：**在操作过程中，要时刻观察并控制塔顶两相界面位置恒定，避免两相界面过高或过低。特别时若两相界面过高，到达轻相出口，则将会导致重相混入轻相回收箱。
6. 维持操作稳定半小时后用锥形瓶收集轻相进、出口样品各约 40 ml，重相出口样品约 50 ml 备分析浓度之用；
  7. 取样后，改变转轴的转速，其它条件不变，进行第二个实验点的测试；
  8. 用容量分析法测定各取样样品溶液的组成：用移液管分别取煤油相样品 10 ml，水相样品 25 ml，以酚酞做指示剂，用 0.01 M 左右 NaOH 标准溶液滴定样品中的苯甲酸。在滴定煤油相时应在样品中加数滴非离子型表面活性剂，并激烈地摇动滴定至终点；
  9. 实验完毕后，关闭两相流量计。将调速器调至零位，停止转轴转动，切断电源。关



闭阀门，关泵。

## 五、使用实验装置的注意事项

1. 调节转轴转速时一定要小心谨慎，慢慢地升速，千万不能增速过猛使马达产生“飞转”损坏设备。最高转速可达 800 rpm。从流体力学性能考虑，若转速太高，容易液泛，操作不稳定。对于煤油～水～苯甲酸物系，建议在 500 转/分钟以下操作；
2. 由于分散相和连续相在塔顶、底滞留很大，改变操作条件后，稳定时间一定要足够长，大约要用半小时，否则误差极大；
3. 煤油流量不要太小或太大，太小会使煤油出口的苯甲酸浓度太低，从而导致分析误差较大；太大会使煤油消耗增加。建议水流量取  $4 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1}$ ，煤油流量取  $6 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1}$ 。
4. 滴定分析过的煤油应集中存放回收。

## 六、实验数据记录与处理

表 1 萃取塔性能测定数据表

装置编号：第     套		塔型：	塔内径： 37 mm	
溶质 A：苯甲酸		稀释剂 B：煤油	萃取剂 S：水	
连续相：水		分散相：煤油	重相密度：            kg / m <sup>3</sup>	
轻相密度：     kg / m <sup>3</sup>		塔的有效高度：0.75m	塔内温度 t＝        °C	
项 目				

表 2 水~煤油~苯甲酸体系平衡数据表（实验值）

温度 °C	X (kgA/kgB)×10 <sup>4</sup>	0.00	2.50	5.00	7.50	10.00	12.50	15.00	17.50	20.00
15	Y (kgA/kgS)×10 <sup>4</sup>	0.00	2.90	5.25	7.10	8.60	9.80	10.80	11.60	12.30
25	Y (kgA/kgS)×10 <sup>4</sup>	0.00	2.90	5.25	7.00	8.40	9.50	10.30	11.00	11.60

## 实验八 恒压过滤实验

### 一、实验目的

1. 了解板框过滤机的构造和操作方法；学习定值调压阀、安全阀的使用；
2. 学习过滤方程式中恒压过滤常数的测定方法；
3. 测定洗涤速率与最终过滤速率的关系；
4. 了解操作条件[压力]对过滤速度的影响，并测定出比阻。

### 二、实验原理

1. 恒压过滤方程式为： $(V+V_e)^2 = KA^2(\tau+\tau_e)$ .....(1)

式中：V——滤液体积， $m^3$ ；

$V_e$ ——过滤介质的当量滤液体积， $m^3$ ；

K——过滤常数， $m^2/s$ ；

A——过滤面积， $m^2$ ；

$\tau$ ——相当于得到滤液 V 所需的过滤时间，s；

$\tau_e$ ——相当于得到滤液  $V_e$  所需的过滤时间，s；

上式也可以写为：

$$(q+q_e)^2 = K(\tau+\tau_e) \dots\dots\dots(2)$$

式中： $q=V/A$ ，即单位过滤面积的滤液量，m；

$q_e=V_e/A$ ，即单位过滤面积的虚拟液量，m。

2. 过滤常数 K、 $q_e$ 、 $\tau_e$ 测定法

将式(2)对 Q 求导数，得：

$$\frac{d\tau}{dq} = \frac{2}{K}q + \frac{2}{K}q_e \dots\dots\dots(3)$$

这是一个直线方程式，以  $d\tau/dq$  对 q 在普通坐标纸上标绘必得一直线，它的斜率为  $2/K$ ，截距为  $2q_e/K$ ，但是  $d\tau/dq$  难以测定，故实验时可用  $\Delta\tau/\Delta q$  代替  $d\tau/dq$  即：

$$\frac{\Delta\tau}{\Delta q} = \frac{2}{K}q + \frac{2}{K}q_e \dots\dots\dots(4)$$

因此，我们只需在某一恒压下进行过滤，测取一系列的 q 和  $\Delta\tau$ 、 $\Delta q$  值，然后在笛卡儿坐标上以  $\Delta\tau/\Delta q$  为纵坐标，以 q 为横坐标（由于  $\Delta\tau/\Delta q$  的值是对  $\Delta q$  来说的，因此图上 q 的值应取其此区间的平均值）。即可得到一直线，这条直线的斜率为  $2/K$ ，截距即为  $2q_e/K$ ，由此可求出 K 及  $q_e$ ，再以  $q=0$ ， $\tau=0$  带入式（2）即可求得  $\tau_e$ 。

3. 洗涤速率与最终过滤速率关系的测定

洗涤速率的计算

$$\left(\frac{dv}{d\tau}\right)_{\text{洗}} = \frac{V_w}{\tau_w} \dots\dots\dots (5)$$

式中：V<sub>w</sub>——洗液量，m<sup>3</sup>

τ<sub>w</sub>——洗涤时间，s。

最终过滤速率的计算：

$$\left(\frac{dv}{d\tau}\right)_{\text{终}} = \frac{KA^2}{2(V+V_e)} = \frac{KA}{2(q+q_e)} \dots\dots\dots (6)$$

在一定压强下，洗涤速率是恒定不变的。它可以在水量流出正常后开始计量，计量多少也可根据需要决定，因此它的测定比较容易。至于最终过滤速率的测定则比较困难。因为它是一个变数，过滤操作要进行到滤框全部被滤渣充满。此时的过滤速率才是最终过滤速率。它可以从滤液量显著减少来估计。此是滤液出口处的液流由满管口变成线状流下。也可以利用作图法来确定，一般情况下，最后的Δτ/Δq 对 q 在图上标绘的点会偏高，可在图中直线的延长线上取点，作为过滤终了阶段来计算最终过滤速率。至于在本板框式过滤机中洗涤速率是否是最终过滤速率的四分之一，可根据实验设备和实验情况，自行分析。

#### 4. 滤浆浓度的测定

如果固体粉末的颗粒比较均匀的话，滤浆浓度和它的密度有一定的关系，因此可以量取100 毫升的滤浆称出重量，然后从浓度--密度关系曲线中查出滤浆浓度。此外，也可以利用测量过滤中的干滤饼及同时得到的滤液量来计算。干滤饼要用烘干的办法来取得。如果滤浆没有泡沫时，也可以用测比重的方法来确定浓度。

本实验是根据配料时加入水和干物料的重量来计算其实际浓度的：

$$w = \frac{w_{\text{物料}}}{w_{\text{水}} + w_{\text{物料}}} = \frac{1.5}{21+1.5} = 6.67\% \dots\dots\dots (7)$$

则单位体积悬浮液中所含固体体积φ：

$$\phi = \frac{w/\rho_P}{w/\rho_P + (1-w)/\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (8)$$

#### 5. 比阻 r 与压缩指数 s 的求取

因过滤常数  $K = \frac{2\Delta p}{r\mu\phi}$  与过滤压力有关，表面上看只有在实验条件与工业生产条件相同

时才可直接使用实验测定的结果。实际上这一限制并非必要，如果能在几个不同的压差下重复过滤实验（注意，应保持在同一物料浓度、过滤温度条件下），从而求出比阻 r 与压差Δp 之间的关系，则实验数据将具有更广泛的使用价值。

$$r = \frac{2\Delta p}{\mu\phi K} \dots\dots\dots (9)$$

式中： $\mu$ —实验条件下水的粘度[Pa·S]

$\phi$ —实验条件下物料的体积含量；

$K$ —不同压差下的过滤常数 [m<sup>2</sup>/s]；

$\Delta p$ —过滤压差 [Pa]

根据不同压差下求出的过滤常数计算出对应的比阻  $r$ ，对不同压差  $\Delta p$  与比阻  $r$  回归，求出其间关系：

$$r = a \cdot \Delta p^b \quad \text{即 } r = r_0 \cdot \Delta p^s$$

$s$ —压缩指数，对不可压缩滤饼  $s=0$ ，对可压缩滤饼  $s$  约为 0.2~0.8。

### 三、装置介绍

#### 1. 流程图

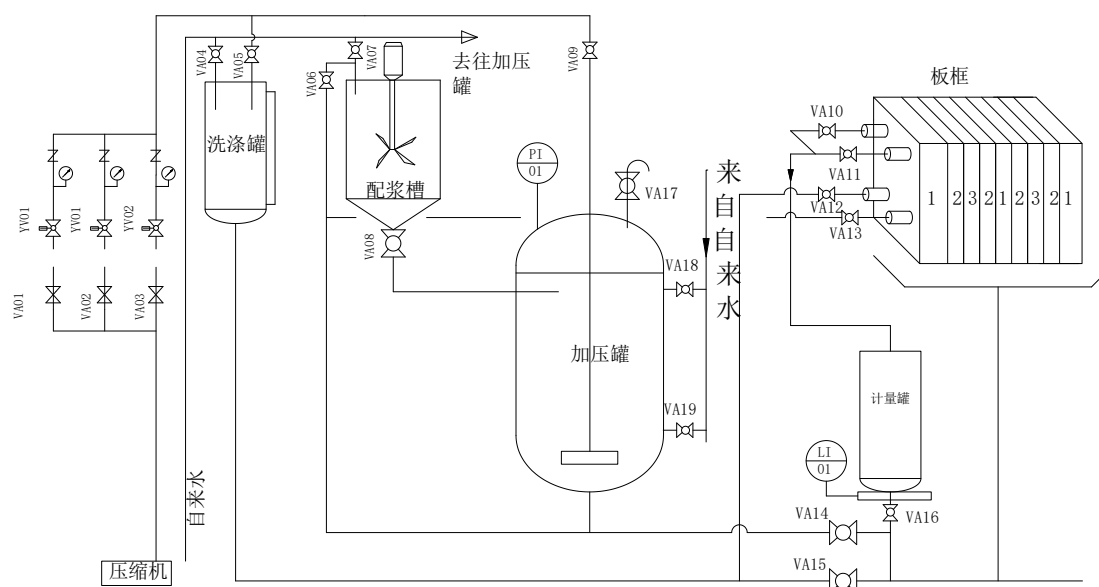


图 1 恒压过滤实验流程图

阀门：VA01—低压进气阀，VA02—中压进气阀，VA03—高压进气阀，VA04—洗涤罐进水阀，VA05—洗涤罐进气阀，VA06—倒料阀，VA07—配浆槽进水阀，VA08—放料阀，VA09—加压罐进气阀，VA10—洗涤水出口阀，VA11—滤液出口阀，VA12—过滤液进口阀，VA13—洗涤液进口阀，VA14—加压罐放净阀，VA15—洗涤罐放净阀，VA16—计量罐放净阀，VA17—加压罐放空阀，VA18—液位计上口阀，VA19—液位计下口阀，PI01—加压罐压力

#### 2. 流程说明：

料液：料液由配浆槽经放料阀 VA08 进入加压罐，料液自加压罐底部，经料液进口阀 VA12 进入板框过滤机滤框内，通过滤布过滤后，滤液汇集至引流板，经滤液出口阀 VA11、洗涤水出口阀 V10 流入计量槽；加压罐内残余料液可经倒料阀 VA06 返回配浆槽。

气路：带压空气由压缩机输出，经进气阀、稳压阀、加压罐进气阀 VA09 进入加压罐内

洗涤罐进气阀 VA05 进入洗涤罐。

### 3、设备仪表参数：

物料加压罐：罐尺寸  $\Phi 273 \times 500\text{mm}$ ，封头容积 3.6L，直筒部分容积 28L，总液面不超过进液口位置，有效容积约 21 升；

加压缓冲罐： $\Phi 159 \times 400\text{mm}$  容积为 9.7 升；

洗水罐： $\Phi 159 \times 400\text{mm}$  容积为 9.7 升；

计量罐： $\Phi 159 \times 600\text{mm}$  容积为 12.8 升；

板框过滤机：1#滤板（非过滤板）一块；3#滤板（洗涤板）二块；2#滤框四块；以及两端的两个压紧档板，作用同 1#滤板，因此也为 1#滤板。

$$\text{过滤面积 } A = \frac{\pi \cdot 0.130^2}{4} \times 2 \times 4 = 0.106 \text{ m}^2$$

滤框厚度=10mm；直径 130mm，板数 4

$$\text{四个滤框总容积 } V = \frac{\pi \cdot 0.13^2}{4} \times 0.01 \times 4 = 0.53 \text{ 升}$$

压力传感器：0~1MPa

## 四、操作步骤

准备一：用压紧螺杆压紧板和框，过滤机固定头的 4 个阀均处于关闭状态。

准备二：加水。若使物料加压罐中有 21 升物料，直筒内容积应为 17.4 升，打开 VA07，直筒内液体高为 297mm，为视镜的中间位置。

在洗涤罐内加水约 3/4，为洗涤做准备，加水时洗涤罐进气阀 VA04 逆时针旋转 90° 调整至放空处。

准备三：配原料滤浆。为了配置质量百分比约 5%—7% 的轻质  $\text{MgCO}_3$  溶液，按 21 升水约 21kg 计算，应加轻质  $\text{MgCO}_3$  约 1.5kg。将轻质  $\text{MgCO}_3$  固体粉末约 1.5kg 倒入配浆槽内。启动搅拌，搅拌使液相混合均匀。加压罐下方的放空阀 VA14 处于关闭状态，将物料加压罐的放空阀 VA17 打开，开 VA08 将配浆槽内配制好的滤浆放进物料加压罐，完成放料后关闭 VA08 和 VA17。

准备四：物料加压。先开压缩机，开启 VA09。先确定在什么压力下进行过滤，本实验装置可进行三个固定压力下的过滤，分别由三个定值调压阀 YV01 并联控制，从上到下分别是 0.10、0.15、0.20MPa。以实验 0.10 MPa 为例，开启定值调压阀前的 VA01，使压缩空气进入加压罐下部的气动搅拌盘，半开加压罐放空阀 VA17，气体鼓泡搅动使加压罐内的物料保持浓度均匀，当物料加压罐内的压力维持在 0.10MPa 时，准备过滤。

1. 过滤：开启上边的两个滤液出口阀 VA10、VA11，全开下方的滤浆进入球阀 VA12，滤浆便被压缩空气的压力送入板框过滤机过滤。

打开球阀 VA12 约 12s, 点击触摸屏数据记录, 滤液流入计量槽, 测取一定质量的滤液量(每 600g 自动 1 次)所需要的时间。待滤饼充满全部滤框后(此时滤液流量很小, 但仍呈线状流出)。关闭滤浆进入阀 VA12, 记录数据, 停止过滤、记录数据和清零。打开 VA16 排尽计量槽液体, 排尽后关闭

2. 卸料: 过滤完毕后, 关闭滤浆进水阀 VA12, 旋开压紧螺杆, 卸出滤饼。

3. 冲洗板框: 用水进行冲洗干净后, 旋紧板框, 进行另一个压力操作。

4. 洗涤: 最后一次, 过滤后不进行步骤 2 和 3, 直接进入洗涤流程。物料洗涤时, VA03、VA09 处于开启状态, 打开连接洗水罐的压缩空气进气阀 VA05, 关闭 VA17, 压缩空气进入洗涤罐, 维持洗涤压力与过滤压力一致。关闭过滤机固定头右上方的滤液出口阀 VA11, 开启左下方的洗水进入阀 VA13, 洗水经过滤渣层后流入称量筒, 测取有关数据, 完毕后停止记录。

5. 卸料: 洗涤完毕后, 关闭洗涤进水阀 VA13, 旋开压紧螺杆, 卸出滤饼。

6. 冲洗板框: 用水进行冲洗后, 旋紧板框。

结束一: 全部过滤洗涤结束后, 关闭洗涤进气阀 VA05, 打开倒料阀 VA06, 用压缩空气将加压罐内的剩余悬浮液送回配浆槽内贮存, 关闭物料进气阀 VA09。打开加压罐放空阀 VA17 排净加压管内的空气。

结束二: 清洗加压罐及其液位计--加压罐放空阀处于全开状态, 使加压罐保持常压。关闭加压罐液位计上部阀 VA17, 打开加压罐下方的排净阀 VA14、配浆槽的放料阀 VA08, 打开 VA07 和加压罐液位计上方的进水阀, 让清水洗涤加压罐液位计 20 分钟, 以免剩余悬浮液沉淀, 堵塞液位计、管道和阀门等。

结束三: 关闭所有阀门, 停压缩机。

## 五、注意事项

1. 准备阶段, 注意板框顺序及垫片位置。

2. 实验过程中需要调整压力时, 由于压力表显示压力比较滞后, 一定要缓慢调整, 顺时针方向调大压力, 直至达到目标压力(每次调整需等待 1-2 分钟); 若实验过程需调小罐内压力, 切记不能直接拔起调压阀, 须先打开加压罐放空阀 VA17, 与此同时逆时针转动调压阀, 待压力罐平衡后, 按照上述调大罐内压力的步骤调整至目标压力。

3. 及时开关计量槽下方的排空阀。

4. 实验完成后应将装置清洗干净, 防止堵塞管道。

5. 长期不用时, 应将槽内水放净。

## 六、实验数据记录及处理

1. 作出一定条件下  $\Delta\tau/\Delta q$  与  $q$  的关系线, 从图中得到其斜率和截距, 计算出过滤常数  $K$ 、虚拟滤液流量  $q_e$  及虚拟过滤时间  $\tau_e$ 。

2. 求取比阻  $r$  与压缩指数  $s$ 。
3. 分析不同条件（压力、温度、浓度）等可能带来的影响（本实验建议只作压力影响）。

过滤数据记录表（一定条件下过滤常数测定）

滤液温度：                  滤液密度（水）：                  滤液粘度：

序号	0.10MPa			0.15MPa			0.20MPa		
	时间 (s)	重量 (kg)	实际压强 (MPa)	时间 (s)	重量 (kg)	实际压强 (MPa)	时间 (s)	重量 (kg)	实际压强 (MPa)
1									
2									
3									
4									
5									
6									
7									
8									

注：碳酸镁密度：2300kg/m<sup>3</sup>

洗涤数据记录表

序号	0.20MPa		
	时间 (s)	重量 (kg)	实际压强 (MPa)
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			

## 实验九 串联流 间分布的测定

在连续流动反应器中进行的程度除了与反应物料在反应器内停留时间长短有密切关系。停留时间越长通常是指物料从进入反应器为止的这一段反应器而言，停留时间不

## 动反应釜停留时

中进行化学反应时，反应体系本身的性质有关反应器内停留时间长短有则反应越完全。停留时反应器时开始，到其离时间。显然对连续操作是定值，而是存在着一



个停留时间分布。造成这一现象的主要原因是物料在反应器内流速分布的不均匀，流体的扩散，以及反应器内的死区等。

停留时间分布的测定不仅广泛应用于化学反应工程及化工分离过程，而且应用于涉及流动过程的其它领域。它也是反应器设计和实际操作所必不可少的理论依据。

## 一、实验目的

1. 通过实验了解停留时间分布测定的基本原理和实验方法；
2. 掌握停留时间分布统计特征值的计算方法；
3. 学会用理想反应器的串联模型来描述实际系统的流动特性。

## 二、实验原理

停留时间分布测定所采用的方法主要是示踪响应法。其基本思路是：在反应器入口以一定的方式加入示踪剂，然后通过测量反应器出口处示踪剂浓度的变化，间接地描述反应器内物料的停留时间分布。常用的示踪剂加入方式有脉冲输入、阶跃输入和周期输入等。本实验选用的是脉冲输入法。

脉冲输入法是在极短的时间内，将示踪剂从系统的入口处注入主流体，在不影响主流体原有流动特性的情况下随之进入反应器。与此同时，在反应器出口检测示踪剂浓度  $c(t)$  随时间的变化。整个过程可以用图 1 形象地描述。

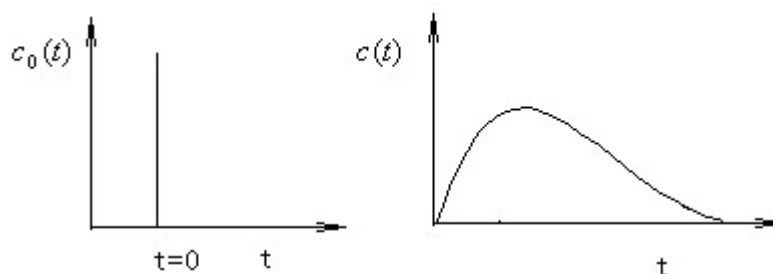


图 8-1 脉冲法测停留时间分布

停留时间分布函数是对物料在反应器中停留时间分布的数学描述，其中停留时间分布密度函数  $E(t)$  的定义为：在出口物流中，停留时间为  $t \rightarrow (t + dt)$  的物料量为  $dN$ ，其占总进料量  $N$  的分率  $dN/N$  随时间的变化。

$$E(t)dt = \frac{dN}{N}$$

$E(t)dt$  代表了停留时间介于  $t$  到  $t+dt$  之间的流体粒子所占的分率。

在反应器出口处测得的示踪剂浓度  $c(t)$  与时间  $t$  的关系曲线叫响应曲线。由响应曲线就可以计算出  $E(t)$  与时间  $t$  的关系，并绘出  $E(t) \sim t$  关系曲线。计算方法是对反应器作示踪剂的物料衡算，即

$$Q \cdot c(t)dt = mE(t)dt \quad (1)$$

式中：\$Q\$ 表示主流体的流量；

\$m\$ 为示踪剂的加入量。

示踪剂的加入量可以用下式计算

$$m = \int_0^{\infty} Q \cdot c(t) dt \quad (2)$$

在 \$Q\$ 值不变的情况下，由 (1) 式和 (2) 式求出：

$$E(t) = \frac{c(t)}{\int_0^{\infty} c(t) dt} \quad (3)$$

关于停留时间分布的另一个统计函数是停留时间分布函数 \$F(t)\$，即

$$F(t) = \int_0^t E(t) dt \quad (4)$$

其物理意义为流过系统的物料中停留时间小于 \$t\$ 的物料的分率。

用停留时间分布密度函数 \$E(t)\$ 和停留时间分布函数 \$F(t)\$ 来描述系统的停留时间，给出了很好的统计分布规律。但是为了比较不同停留时间分布之间的差异，还需要引入另外两个统计特征值，即数学期望和方差。

数学期望对停留时间分布而言就是平均停留时间 \$\bar{t}\$，即

$$\bar{t} = \frac{\int_0^{\infty} tE(t) dt}{\int_0^{\infty} E(t) dt} = \int_0^{\infty} tE(t) dt \quad (5)$$

采用离散形式表达，并取相同的时间间隔 \$\Delta t\$，则

$$\bar{t} = \frac{\sum t \cdot c(t) \Delta t}{\sum c(t) \Delta t} \quad (6)$$

方差是和理想反应器模型关系密切的参数，它的定义是：

$$\sigma_t^2 = \int_0^{\infty} t^2 E(t) dt - \bar{t}^2 \quad (7)$$

采用离散形式表达，并取相同的时间间隔 \$\Delta t\$，则

$$\sigma_t^2 = \left( \frac{\sum t^2 \cdot c(t)}{\sum c(t)} \right) - \bar{t}^2 \quad (8)$$

对活塞流反应器 \$\sigma\_t^2 = 0\$；而对全混流反应器 \$\sigma\_t^2 = \bar{t}^2\$。工业反应器中物料的流动特性介于活塞流和理想全混流之间，可以采用理想全回流反应器的串联，即多釜串联模型来模拟实际反应器。对介于上述两种理想反应器之间的非理想反应器可以用。多釜串联模型中的模型参数 \$N\$ 可以由实验数据处理得到的 \$\sigma\_t^2\$ 来计算。

$$N = \frac{\bar{t}^2}{\sigma_3^2} \quad (9)$$

当  $N$  为整数时，代表该非理想流动反应器可以用  $N$  个等体积的全混流反应器的串联来建立模型。当  $N$  为非整数时，可以用四舍五入的方法近似处理，也可以用不等体积的全混流反应器串联模型。

### 三、实验装置及流程

本实验装置主要由：水槽、离心泵、釜式反应器、转子流量计、电导率仪、搅拌电机、 $\pi$ 形管、计算机、柜体、阀门及管道等组成。反应釜由有机玻璃制成，三釜以串联形式存在。在反应釜上有 4 个接管口，分别为物料进出口、示踪剂入口、电导探头插口以及排液管。物料(水)由离心泵输送至反应釜，水从反应器出来后经过 $\pi$ 型管排放掉。

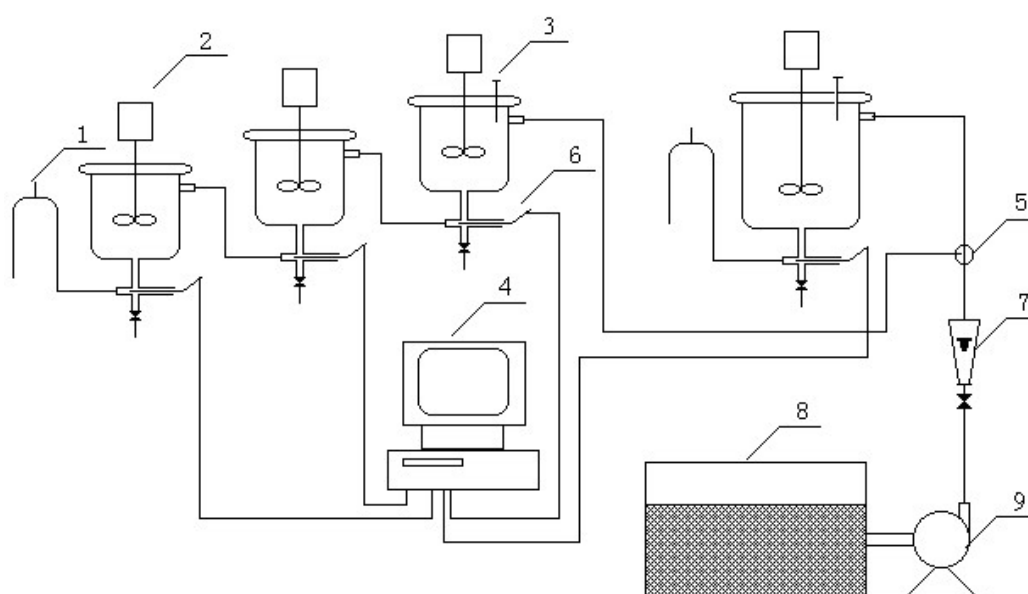


图 8-2 多釜串联实验装置流程图

1— $\pi$ 形管；2—搅拌电机；3—注射器；4—计算机；5—水三通阀；6—电导电极；  
7—转子流量计；8—水箱；9—水泵。

#### 主要设备及规格

- |             |                                      |
|-------------|--------------------------------------|
| 1. 釜式反应器    | 直径 110 mm，高 120 mm，有机玻璃制成，3 个；       |
| 2. 釜式反应器    | 直径 160 mm，高 120 mm，有机玻璃制成，1 个；       |
| 3. 搅拌马达     | 25W，转速 90~1400 转/分，无级变速调节；           |
| 4. 转子流量计    | 液体，0~100 L/h；                        |
| 5. 数字转速调节器， | 输入 0~9999 脉冲信号，输出 0~5 V 电压，485 通讯端口； |
| 6. 数据采集卡    | 型号 PCI-2003；                         |
| 7. 数据通讯卡    | 型号 CP-132。                           |

### 四、操作步骤

实验开始前首先连接好入水管线，打开自来水阀门，向水槽内注水。

### 1. 单釜实验

(1) 打开总电源开关，启动水泵，慢慢打开进水转子流量计的阀门（注意！初次通水必须排净管路中的所有气泡，特别是死角处）。调节水流量维持在 20~30 L/h 之间某值，调节水三通阀（最右端）使箭头向下，直至釜内充满水，并能正常流出，釜内液位可由  $\pi$  形管微调；

(2) 开启单釜搅拌电源，设定搅拌转速为 180~300 转/分；

(3) 开启单釜电导率仪（第一个），检查电极导线连接是否正确；

(4) 开启计算机电源，按计算机提示要求操作，启动多釜串联运行程序；

(5) 待系统稳定后，点击单釜曲线，3~5 s 后，用注射器迅速注入示踪剂；此时，在“结果显示”菜单中的“采集界面”子项，显示流程图以及此时釜内溶液的电导率，“数据表”子项中显示操作条件，“曲线图”子项中显示电导率随时间的变化曲线。

(7) 当曲线趋于水平时，单击“停止采集”，然后单击“开始计算”，在“结果显示”中可看到“数据表”子项中显示计算结果，可保存为文本文档；“曲线图”子项中显示关系曲线，可保存为图片。

(8) 实验结束时，单击“结束实验”。

### 2. 多釜实验：

(1) 打开总电源开关，启动水泵，慢慢打开进水转子流量计的阀门。调节水流量维持在 20~30 l/h 之间某值，调节水三通阀（最右端）使箭头向上（水流向左端的三个釜），直至釜内充满水，并能正常流出，釜内液位可由  $\pi$  形管微调；

(2) 开启多釜搅拌电源，设定搅拌转速为 180~300 rpm；

(3) 开启釜 1、釜 2、釜 3 电导率仪；

(4) ~ (8) 步同 A. 单釜实验，仅第 (6) 步，在“实验操作”菜单中，单击“多釜实验”；

### 3. 停车

(1) 实验完毕，关闭各水阀门，电源开关，打开釜底排水阀，将水排空；

(2) 退出实验程序，关闭计算机。

## 五、实验数据与处理

(1) 根据所记录单釜、多釜实验中“结果显示”的“数据表”，用 Origin 作出  $c(t) \sim t$  响应曲线和  $E(t) \sim t$  曲线；

(2) 采用 Origin 积分或离散化方法，求出单釜和多釜的  $\bar{t}$ 、 $\sigma_t^2$  以及模型参数  $N$ ；列表表示单釜和多釜串联反应器中的  $\bar{t}$ 、 $\sigma_t^2$  和  $N$ 。



## 实验十、超临界流体萃取实验（I）

### 一、实验目的

1. 了解和掌握超临界二氧化碳流体萃取技术的基本原理。
2. 了解超临界萃取实验装置的基本构造，掌握超临界二氧化碳流体萃取装置的操。
3. 学习超临界流体萃取条件的选择和优化。
4. 了解夹带剂对萃取过程的影响。

### 二、实验原理

超临界萃取技术是一种新型的化工分离技术。所谓超临界流体（Supercritical fluid, SCF）是指热力学状态处于临界点  $C(P_c, T_c)$  之上的流体，临界点是气、液界面刚刚消失的状态点。超临界流体具有十分独特的物理化学性质，它的密度接近于液体，粘度接近于气体，见图 1 和表 1。以 SCF 为溶剂，对物质进行萃取时，物质在 SCF 中的分配主要取决于系统温度、压力、夹带剂的使用等因素，上述因素的改变，可显著影响被萃取组分在 SCF 相中的分配系数。因此，通过改变 SCF 的温度、压力等，可以实现物质在 SCF 中的分离，萃取效率优于液-液萃取，萃取温度温和，适合处理热敏性物质等。

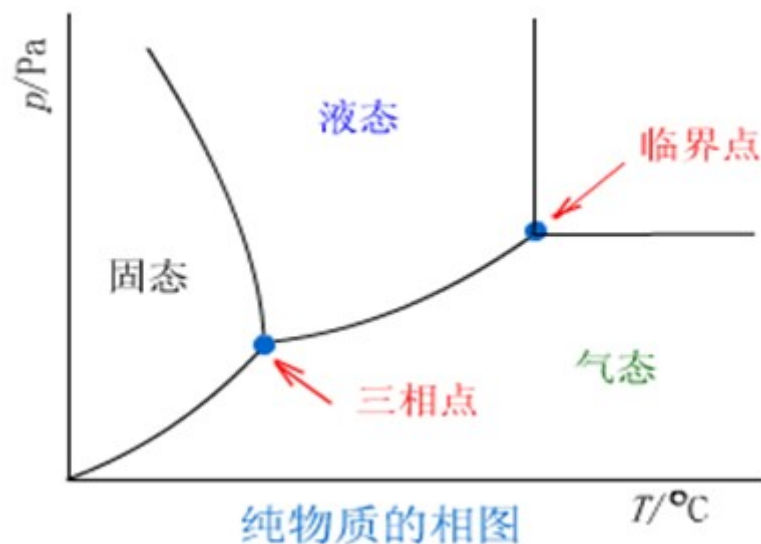


图 1 纯流体的压力—温度图

表 1 S C F 与其流体传递性质的影响

物性	气体 (常温常压)	S C F		液体 (常温常压)
		$T_c, P_c$	$T_c, 4P_c$	
密度 / $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	2~6	200~300	400~900	600~1600
粘度/ $\text{mPa} \cdot \text{s}$	0.01~0.03	0.01~0.03	0.03~0.09	0.2~3.0
自扩散系数 $\text{cm}^2/\text{s}$	0.1~0.4	$0.7 \times 10^{-3}$	$0.2 \times 10^{-3}$	$(0.2 \sim 2.0) \times 10^{-5}$

近几年来,超临界萃取技术的国内外得到迅猛发展,先后在啤酒花、香料、中草药、油脂、石油化工、食品保健等领域实现工业化。

银杏是一种具有很高的药用价值的植物,又名白果树,被誉为地球的“长寿树”、“活化石”。银杏叶中含有天然活性黄酮及苦内酯等与人体健康有益的多种成份,具有溶解胆固醇,扩张血管的作用,对改善脑功能障碍、动脉硬化、高血压等有明显效果。

本实验采用超临界  $\text{CO}_2$  萃取银杏叶中的银杏黄酮和银杏内酯,并使用分光光度计和高效液相色谱来分析并计算产率。

### 三、实验流程和设备主要技术数据

#### 1. 仪器

1) 超临界二氧化碳流体萃取装置 HA221-50-06; 2) 天平; 3) 粉碎机; 4) 分光光度计; 5) 液相色谱仪 6) 容量瓶 7) 移液管

#### 2. 试剂

二氧化碳气体(纯度 $\geq 99.9\%$ )、银杏叶、去离子水、无水乙醇(分析纯)等夹带剂、芦丁对照品、银杏内酯 A、B 及白果内酯、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠。

#### 3. 实验装置

本实验装置工艺流程见图 1。

#### 4. 主要技术参数

最高萃取压力: 50MPa;

单缸萃取容积: 1L、5L;

萃取温度: 常温~75℃;

最大流量: 0-50L/h 可调。

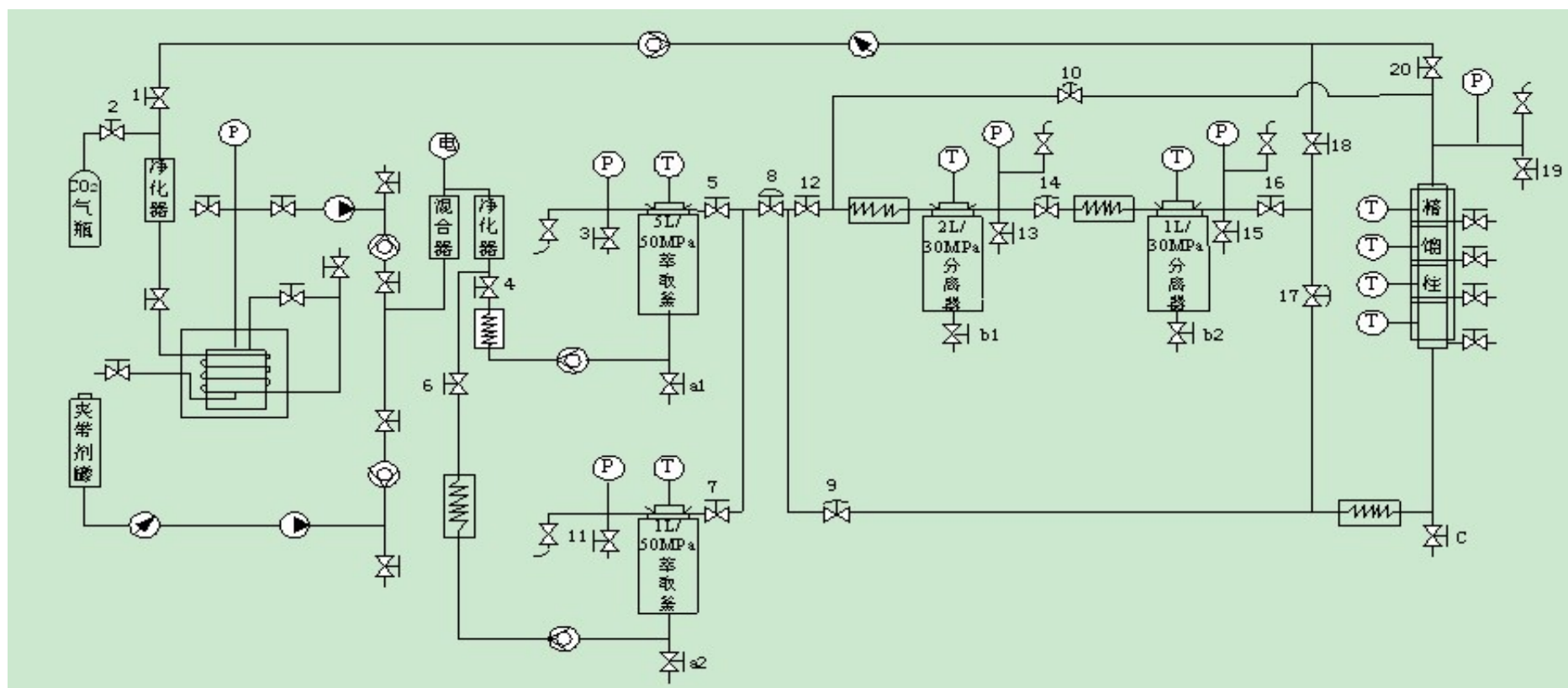


图 1 HA221-50-06 超临界萃取装置工艺流程

1# CO<sub>2</sub>循环回路 2# CO<sub>2</sub>钢瓶连接设备 3#(11#) 萃取 I(II)放空 4#(6#) 萃取 I(II)进口 5#(7#) 萃取 I(II)出口 8# 萃取釜压力调节  
 9# 精馏柱进口 10# 精馏柱调压 12# 萃取→分离 I 13# 分离 I 放空 14# 分离 I 调压 15# 分离 II 放空 16# 分离 II 出口 17# 分离 II 到精馏柱  
 18# 分离 II 回路 19# 精馏柱放空 20# 精馏柱到回路阀



## 四、实验方法及步骤

### (一)、(萃取釜-分离釜 I—分离釜 II—回路)

#### 1. 准备工作

开机前,先检查面板上除釜压调节阀 8#外所有阀门,均应在关闭状态(阀门:逆时针开,顺时针关)。

银杏叶(金银花)的预处理:银杏叶在 30℃真空干燥 2h,去柄粉碎,越碎越好,备用。

#### 2. 开机操作顺序(结合流程图弄清每个步骤的原因和目的)

1) 先打开总电源(绿色按钮),如三相电源指示灯都亮,则说明电源已接通,如有不亮需检查线路电源。

2) 打开制冷,冷循环,对应的加热开关,设定温度 T(此温度和萃取物质有关,需要查取数据),检查加热水箱水位(正常距离盖子 2-3cm,否则加水)。

3) 打开 CO<sub>2</sub> 钢瓶阀(检查气瓶压力,开机或使用过程中钢瓶压力<4Mpa 时,需更换钢瓶),打开面板阀门钢瓶连接阀 2#,等待温度达到设定温度。

4) 装料:称取 100g 备用银杏叶(金银花),装入料篮(正常距过滤网 4cm 即可,料少应达到料篮 1/3 体积),拧紧。放入萃取釜,细密封圈,不锈钢环,将粗密封圈套在堵头上,拧紧。

5) 待达到设定温度,检查放空阀 3#或 11#应处于关闭状态,稍打开萃取进口阀 4#或 6#(萃取釜 I 对应 4#,萃取釜 II 对应 6#)使萃取液进入萃取釜,等压力接近泵出口压力后,完全打开 4#或 6#,稍稍打开萃取釜放空阀 3#(萃取釜 I)或 11#(萃取釜 II),排空空气,3~5 s 即可关闭。

6) 完全打开萃出口阀 5#或 7#,分离阀 12#(检查精馏柱进口阀 9#、压力调节阀 10#应是关闭状态)、分离阀 14#(两圈即可)、16#、18#、及回路阀 1#,回路完成。

7) 加压力:打开 CO<sub>2</sub> 泵电源(绿色按钮),按 RUN,调节 8#控制萃取釜的压力 P1(此压力根据萃取物质不同而不同),调节 14#控制分离釜 I 压力在 5~8Mpa。

8) 添加挟带剂:当达到一定压力时,添加一定量的挟带剂到携带剂罐,打开挟带剂电源(泵 II 电源),打开挟带剂泵排空阀,直到有平稳的挟带剂流出后关闭放空阀,当挟带剂完全泵入到系统中后,按泵复位。

9) 计时开始,萃取时间 t,此处 t=2 小时,观察压力,结束后接收产品(萃取产品可以再萃取过程中 or 萃取结束收集)。样品保存待下一次实验分析用。

10) 实验结束需清洗管路，用乙醇加到挟带剂罐，计时 20~30 min，调节 8#萃取釜压力 25 MPa，14#分离 I 压力 8 MPa 即可。

### 3. 关机

- 1) 关闭 CO<sub>2</sub> 泵 (STOP 键)。
- 2) 慢慢打开 14#，8#，等待萃取釜、分离 I、分离 II 压力相似。关闭 4#或 6#，5#或 7#，稍稍打开 3#或 11# (排空萃取釜的 CO<sub>2</sub> 气体)。
- 3) 关闭制冷，冷循环，加热开关。等萃取压力降为 0，取料篮，拆卸物料，清洗料篮。
- 4) 关闭总电源，关闭面板上除 8#外所有阀门及 CO<sub>2</sub> 钢瓶阀。

### 4. 添加携带剂:

- 1) CO<sub>2</sub> 极性小，只能萃取一些极性相似的物质，如萃取物质极性较大，需加定量携带剂增加二氧化碳的萃取效果，携带剂使用量根据原料添加一定比例的量。
- 2) 挟带剂严禁使用水，强酸，强碱，腐蚀不锈钢溶液。
- 3) 将需量的挟带剂倒入携带剂罐，打开挟带剂电源 (泵 II 电源)，按泵复位。
- 4) 打开挟带剂泵排空阀，直到有平稳的挟带剂流出关闭放空阀。
- 5) 携带剂打开关闭挟带剂电源 (泵 II 电源) 看携带剂罐里没有挟带剂说明已经打完)。

## (二)、(萃取釜-精馏柱-分离釜 I—分离釜 II—回路)

### 1. 准备工作

开机前，先检查面板上除 8#外所有阀门，均应在关闭状态。

### 2. 开机操作顺序 (结合流程图弄清每个步骤的原因和目的)

1) 先打开总电源 (绿色按钮)，如三相电源指示灯都亮，则说明电源已接通，如有不亮需检查线路电源。

2) 打开制冷，冷循环，对应的加热开关，设定温度 T (此温度和萃取物质有关，需要查取数据)，检查加热水箱水位 (正常距离盖子 2-3 cm，否则加水)。

3) 开始制冷的同时打开 CO<sub>2</sub> 钢瓶阀 (检查气瓶压力，开机或使用过程中钢瓶压力 < 4 Mpa 时，需更换钢瓶)，打开面板阀门 2#，等待温度达到设定温度。

4) 装料: 称取 100 g 备用萃取物，装入料篮 (正常距过滤网 4cm 即可，料少应达到料篮 1/3 体积)，拧紧。放入萃取釜，细密封圈，不锈钢环，将粗密封圈套在堵头上，拧紧。

5) 待达到设定温度,稍打开 4#或 6#(萃取釜①对应 4#,萃取釜②对应 6#)进入萃取釜,等压力接近泵出口压力后,完全打开 4#或 6#,稍稍打开萃取釜放空阀 3#(萃取釜①)或 11#(萃取釜②),排空空气,3~5s 即可关闭。

6) 完全打开 5#或 7#,9#、(检查 12#应是关闭状态)、10#(两圈)、14#(两圈即可)、16#、18#、1#,回路完成。

7) 加压力:打开 CO<sub>2</sub> 泵电源(绿色按钮),按 RUN,调节 8#控制萃取釜的压力 P<sub>1</sub>(此压力根据萃取物质不同而不同),调节 14#控制分离釜 I 压力在 5~8 Mpa。

8) 计时开始,萃取时间 t(根据萃取物质不同调整时间),观察压力,结束后接收产品并称重 m<sub>2</sub>(萃取产品可以再萃取过程中或萃取结束收集)。样品保存待下一次实验分析用。

9) 实验结束需清洗管路,用乙醇加到挟带剂罐,计时 20~30min,调节 8#萃取釜压力 25MPa,14#分离 I 压力 8MPa 即可。)

### 3. 关机

1) 关闭 CO<sub>2</sub> 泵(STOP 键)。

2) 慢慢打开 14#,10#、8#,等待萃取釜、精馏柱、分离 I、分离 II 压力相似。关闭 4#或 6#,5#或 7#,稍稍打开 3#或 11#(排空萃取釜的 CO<sub>2</sub> 气体)。

3) 关闭制冷,冷循环,加热开关。等萃取压力为 0,取料篮,拆卸物料,清洗料篮。

4) 关闭总电源,关闭面板上除 8#外所有阀门及 CO<sub>2</sub> 钢瓶阀。

## (三)、(萃取釜-分离釜 I—分离釜 II-精馏柱-回路)

### 1. 准备工作

开机前,先检查面板上除 8#外所有阀门,均应在关闭状态。

### 2. 开机操作顺序

结合流程图弄清每个步骤的原因和目的

1) 先打开总电源(绿色按钮),如三相电源指示灯都亮,则说明电源已接通,如有不亮需检查线路电源。

2) 打开制冷,冷循环,对应的加热开关,设定温度 T(此温度和萃取物质有关,需要查取数据,),检查加热水箱水位(正常距离盖子 2-3 cm,否则加水)。

3) 开始制冷的同时打开 CO<sub>2</sub> 钢瓶阀(检查气瓶压力,开机或使用过程中钢瓶压力<4 Mpa 时,需更换钢瓶),打开面板阀门 2#,等待温度达到设定温度。

4) 装料: 称取  $m_1$  g 备用萃取物, 装入料篮 (正常距过滤网 4cm 即可, 料少应达到料篮 1/3 体积), 拧紧。放入萃取釜, 细密封圈, 不锈钢环, 将粗密封圈套在堵头上, 拧紧。

5) 待达到设定温度, 稍打开 4#或 6# (萃取釜①对应 4#, 萃取釜②对应 6#) 进入萃取釜, 等压力接近泵出口压力后, 完全打开 4#或 6#, 稍稍打开萃取釜放空阀 3# (萃取釜①) 或 11# (萃取釜②), 排空空气, 3~5s 即可关闭。

6) 完全打开 5#或 7#, 12#、(检查 9#、10#应是关闭状态)、14# (两圈即可)、16#、17#、1#, 回路完成。

7) 加压力: 打开 CO<sub>2</sub> 泵电源 (绿色按钮), 按 RUN, 调节 8#控制萃取釜的压力 P1 (此压力根据萃取物质不同而不同), 调节 14#控制分离釜 I 压力在 5~8MPa, 调节 17#控制分离釜 II 的压力。

8) 计时开始, 萃取时间  $t$  (根据萃取物质不同调整时间), 观察压力, 结束后接收产品并称重  $m_2$  (萃取产品可以再萃取过程中或萃取结束收集)。样品保存待下一次实验分析用。

9) 实验结束需清洗管路, 用乙醇加到挟带剂罐, 计时 20~30 min, 调节 8#萃取釜压力 25 MPa, 14#分离 I 压力 8 MPa 即可。)

### 3. 关机

1) 关闭 CO<sub>2</sub> 泵 (STOP 键)。

2) 慢慢打开 17#、14#、8#, 等待萃取釜、精馏柱、分离 I、分离 II 压力相似。关闭 4#或 6#, 5#或 7#, 稍稍打开 3#或 11# (排空萃取釜的 CO<sub>2</sub> 气体)。

3) 关闭制冷, 冷循环, 加热开关。等萃取压力为 0, 取料篮, 拆卸物料, 清洗料篮。

4) 关闭总电源, 关闭面板上除 8#外所有阀门及 CO<sub>2</sub> 钢瓶阀。

## 五、使用本实验设备应注意的事项

1. 高压设备。熟练后使用, 开机运行中请勿离开, 发生不可处理情况, 立即关闭总电源。

2. 每次开机检查水箱水位, 打开加热开关后要看水箱水泵是否运转正常 (看叶片是否转动), 不正常要立即关闭开关。

3. 每次实验完毕, 排空净化器 (在面板后面), 直到有 CO<sub>2</sub> 气体排出。

4. 打开制冷机, 观察制冷机压力、油面。压力小于 0.1MPa 需加制冷剂 R22, 油面低于油标需加制冷机专用机油 (专业人员处理)。

5. 若系统发生漏气现象, 及时与指导老师汇报, 并进行处理, 防止 CO<sub>2</sub> 的大量泄漏。

6. 实验完成后必须清理装置和实验用工器具、物料等，擦洗操作台以保证设施的完好

## 六、实验数据记录与处理

### （一）银杏叶体系

实验基本参数

萃取温度℃		萃取釜压力 Mpa	
银杏叶质量 $m_1$ (mg)		萃取样品体积 V (mL)	
挟带剂的浓度			

### （二）金银花体系

实验基本参数

萃取温度℃		萃取釜压力 Mpa	
金银花质量 $m_1$ (mg)		萃取样品体积 V (mL)	
挟带剂的浓度			

## 实验十一、超临界流体萃取实验（II）

### 一、实验目的

熟悉分光光度计和液相色谱的用法，测定有效成分的含量

### 二、实验数据记录与处理

#### （一）银杏叶体系

##### 1. 数据记录

表 1-1. 实验基本参数

萃取温度 $^{\circ}\text{C}$		萃取釜压力 Mpa	
银杏叶质量 $m_1$ , (mg)		萃取液中银杏黄酮总质量 $m_2$ (mg)	
萃取液中银杏内酯总质量 $m_3$ (mg)		萃取样品体积 V (mL)	
黄酮和内酯的产率			

表 1-2. 芦丁标准品标准曲线

芦丁标准品体积 (mL)					
芦丁质量浓度 $\rho$ (mg/mL)					
吸光度 A					
回归方程					

表 1-3. 萃取样紫外数据记录

	萃取样品		
吸光度 A			
质量浓度 (mg/mL)			
平均浓度 (mg/mL)			

表 1-4. 色谱分析标准曲线数据记录

体积 (ml)		1.0	0.8	0.6	0.4	0.2	0.1
质量浓度 (g/mL)	银杏内酯 A						
	银杏内酯 B						
	白果内酯						
色谱峰面积	银杏内酯 A						
	银杏内酯 B						
	白果内酯						

表 1-5. 萃取样品色谱记录

	萃取样品					
	银杏内酯 A			银杏内酯 B		
色谱峰面积						
质量浓度 (g/mL)						
平均浓度 ( g /mL )						
总酯含量 ( g /mL)						

## 2. 处理方法

### ★ 萃取物中银杏黄酮的总含量的测定

(1) 准确量取 20 mg 的芦丁标准品加入到 100 mL 的容量瓶, 用甲醇溶解并定容到刻度。

(2) 分别量取 0、5、10、15、20、25 mL 溶液置于 50 mL 容量瓶中, 准确加入 5% 的  $\text{NaNO}_2$  溶液 1.5 mL, 摇匀, 放置 5 min 后加入 10% 的  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  溶液 1.5 mL, 放置 6 分钟, 再准确加入 1 mol/L 的 NaOH 溶液 10 mL, 摇匀, 用甲醇稀释到刻度。摇匀后, 放置 15 分钟, 在波长 510 nm 下进行色谱测定。以吸光度 A 为纵坐标, 质量浓度 w 为横坐标, 做出标准曲线。

(3) 准确量取 2 ml 的萃取样品放入 10 ml 容量瓶, 作同样的处理后于波长 510 nm 处测吸光度 A 样品, 做三组平行试验取平均值。

(4) 根据所测数据和标准曲线计算黄酮化合物的质量浓度 w 和萃取黄酮总含量  $m_2$ , 并计算黄酮提取率 H。

### ★ 萃取物中银杏内酯的总含量测定

#### (1) 外标法标准品配制

准确称量银杏内酯 A 6.3 mg、银杏内酯 B 5.3 mg、白果内酯 4.7 mg，分别用甲醇定容于 5 mL 容量瓶中，并分别单独进样得到单样图。另精确吸取以上溶液各 1 ml 混合定容于 5 ml 容量瓶中。再从中精确吸取 1、0.8、0.4、0.6、0.2、0.1 mL 溶液定容于 1mL 容量瓶中，制得线性梯度标准品，做液相分析，并以色谱峰面积为纵坐标、标准品质量浓度为横坐标做标准曲线，分别求得回归方程。

(2) 取萃取液 2 mL 用甲醇定容于 50 mL 容量瓶，做液相分析，平行三次取平均值。

(3) 根据标准曲线和色谱峰面积求各内酯的质量浓度  $c_1$ 、 $c_2$ 、 $c_3$  及总内酯质量  $m_3$ ，计算内酯提取率 N。

附：

银杏黄酮标准曲线： $Y = -0.00263 + 12.64292 X$  (Y：吸光度 X：浓度 mg/ml)

银杏内酯 A 曲线： $Y = -2390 + 2.82593 \times 10^8 X$  (Y：峰面积 X：浓度 g/ml)

银杏内酯 B 曲线： $Y = -8405 + 3.95441 \times 10^8 X$  (Y：峰面积 X：浓度 g/ml)

银杏内酯液相色谱条件：

色谱柱：Kromail C18 柱(250 mm×4 mm×5 μm)；

流动相：甲醇- 四氢呋喃- 水(2：1：6)；流速：1 mL/min；

检测波长：220 nm；

柱温：25℃，

进样量：10 μL

将提取样品按上述条件进行高效液相色谱分析，再以银杏内酯 A、银杏内酯 B 对照品进行外标法定量测定。



## (二) 金银花体系

### 1. 数据记录

表 2-1. 实验基本参数

萃取温度℃		萃取釜压力 Mpa	
金银花质量 $m_1$ (mg)		萃取液中黄酮总质量 $m_2$ (mg)	
萃取液中绿原酸总质量 $m_3$ (mg)		萃取样品体积 V(mL)	
黄酮和绿原酸的产率			

表 2-2. 色谱分析标准曲线数据记录

体积 (ml)		2.5	2	1.5	1	0.5
质量浓度 (g/mL)	绿原酸					
色谱峰面积						

表 2-3. 萃取样品色谱记录

	萃取样品 绿原酸含量测定		
色谱峰面积			
质量浓度(mg/mL)			
平均浓度(mg/mL)			
总绿原酸含量(mg/mL)			

### 2. 处理方法

#### ★萃取物中黄酮的总含量的测定

- (1) 准确量取 20 mg 的芦丁标准品加入到 100 mL 的容量瓶，用甲醇溶解并定容到刻度。
- (2) 分别量取 0、5、10、15、20、25mL 溶液置于 50 mL 容量瓶中，准确加入 5%的  $\text{NaNO}_2$  溶液 1.5 mL，摇匀，放置 5 min 后加入 10%的  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  溶液 1.5 mL，放置 6 min，再准确

加入 1 mol/L 的 NaOH 溶液 10 mL，摇匀，用甲醇稀释到刻度。摇匀后，放置 15 min，在波长 510 nm 下进行液相色谱测定，以吸光度 A 为纵坐标，质量浓度 w 为横坐标，做出标准曲线。

(3) 准确量取 2 ml 的萃取样品放入 10 ml 容量瓶，作同样的处理后于波长 510 nm 处测吸光度 A，平行测量三系取平均值。

(4) 根据所测数据和标准曲线计算黄酮化合物的质量浓度 w 和萃取黄酮总含量  $m_2$ ，并计算黄酮提取率 H。

### ★萃取物中绿原酸的总含量测定

#### (1) 外标法标准品配制

准确称量绿原酸标准品 19.61 mg，用甲醇定容于 100 mL 容量瓶中，并单独进样得到单样图。另从中精确吸取 2.5、2、1.5、1、0.5 mL 溶液定容于 10mL 容量瓶，制得线性梯度标准品，进行液相色谱分析，并以所测峰面积为纵坐标、标准品质量浓度为横坐标做标准曲线，求得回归方程。

(2) 取萃取液 2 mL 用甲醇定容于 50 mL 容量瓶中，进行液相色谱分析，平行测三次取平均值。

(3) 根据标准曲线和色谱峰面积求绿原酸的质量浓度  $c_1$ ， $c_2$ ， $c_3$ ，计算绿原酸提取率 N。

附：

黄酮标准曲线： $Y = -0.00263 + 12.64292 X$  (Y：吸光度 X：浓度 mg/ml)

绿原酸标准曲线： $Y = 10065 + 2.58816 * 10^7 X$  (Y：峰面积 X：浓度 mg/ml)

金银花绿原酸液相色谱条件：

色谱柱：Kromail C18 柱(250 mm×4 mm×5 μm)；

流动相：乙腈：0.5%磷酸=13：87； 流速：1mL/min；

检测波长：327 nm；

柱温：25℃，

进样量：10 μL

## 七、思考题

1. 超临界流体的特性是什么？为什么选择 CO<sub>2</sub> 作为萃取剂？
2. 萃取操作中，系统压力上不去，主要原因和对策是什么？
3. 合理的设计超临界萃取过程，需要哪些数据？试举例说明。

## 实验十二 间歇填料精馏柱性能的测定

### 一、实验目的

1. 学习在全回流操作条件下，测定精馏柱性能的方法；
2. 加深对精馏原理的理解；
3. 掌握精馏柱填料性能的测试方法；
4. 测定填料的等板高度，及其与主要影响因素之间的关系。

### 二、实验原理

填料精馏塔分离能力的影响因素众多，大致可分为三个方面：物理因素（物系及其组成，气液两相的物理性质的差别等）、设备因素（塔径与塔高，填料的形式规格，填料的材质和填充方法等）、操作因素（蒸汽速度，回流比等）。在既定的设备和物系中，填料的分离性能的检测，常采用在全回流条件下测定填料的等板高度（HETP）。因为在全回流条件下，所需要的理论塔板数最少，即填料的等板高度最小。这样，测定填料分离能力时，去除了回流比的影响，便于达到相同的标准。

在全回流条件下，理论塔板数的计算可采用逐板计算法导出的 *Fenske* 公式，即

$$N_{T,O} = \frac{\ln \left[ \left( \frac{x_d}{1-x_d} \right) \cdot \left( \frac{1-x_w}{x_w} \right) \right]}{\ln \alpha} - 1 \quad (1)$$

式中：

$N_{T,O}$ —全回流条件下的理论塔板数；

$x_d$ —塔顶回流液的组成，摩尔分数；

$x_w$ —塔釜残液的组成，摩尔分数；

$\alpha$ —塔顶和塔釜物料相对挥发度的几何平均值， $\alpha = \sqrt{\alpha_d \cdot \alpha_w}$ 。

上式中， $N_{T,O}$ 已扣除了相当于第一块理论塔板的塔釜。在实验过程中，若不采用塔釜液相采样，而采用塔釜气相采样，则式中  $x_w$  可用  $y_w$  代替，等式右边不必减 1。

被测填料的等板高度可按下式计算：

$$h_e = \frac{h}{N_{T,O}} \quad (2)$$

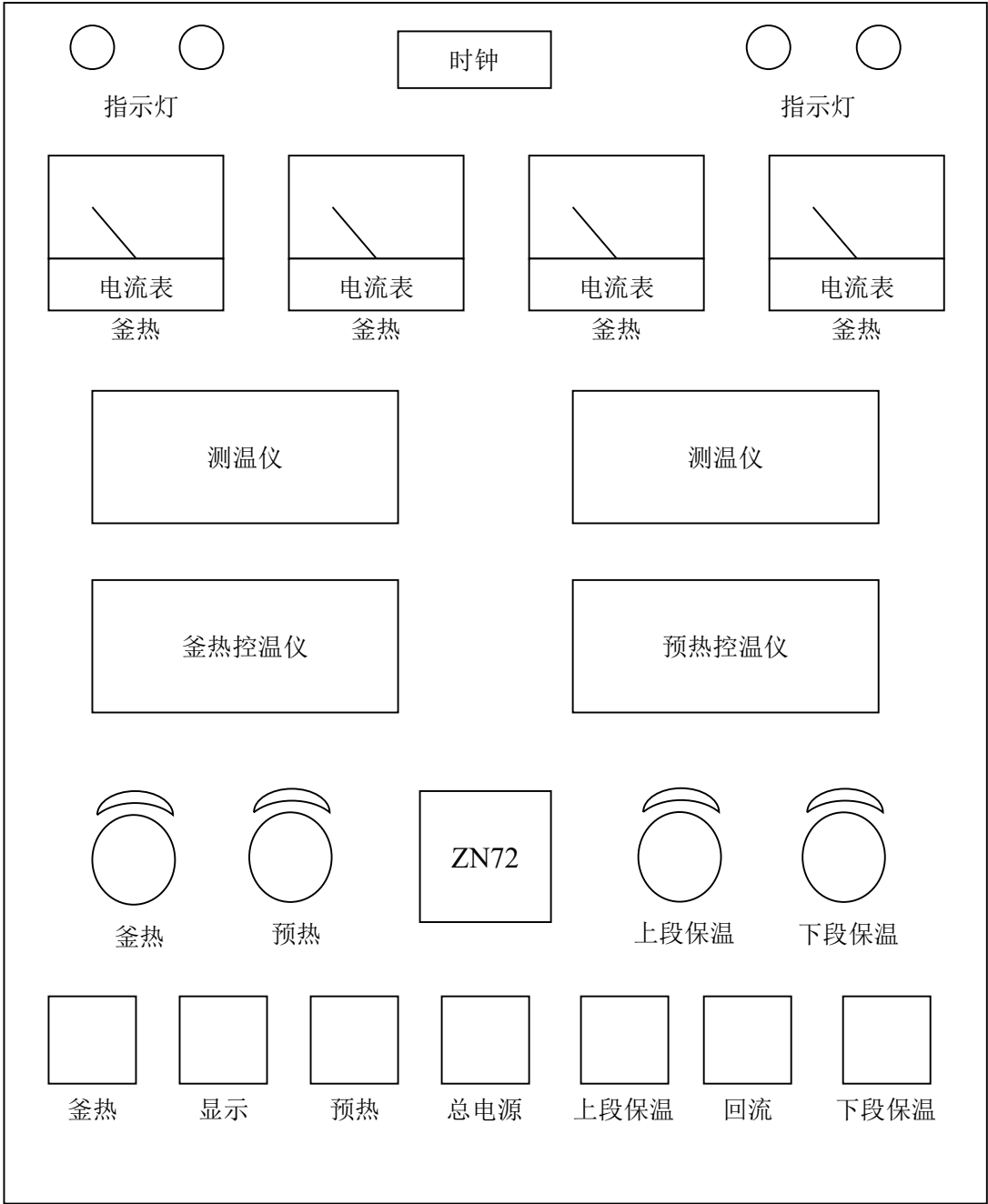
式中：

$h_e$ —等板高度，m；

$h$ —填料层填充高度，m。

在全回流条件下，填料的等板高度还受蒸汽上升速度的影响。塔釜的加热功率越大，上升蒸汽的量也越大，上升蒸汽的速度也越大，填料层的压强降也越大，回流液体量也越大。因此，对指定的塔，既可以利用等板高度随加热功率、填料层压强降的关系，定性地讨论等板高度与蒸汽上升速度的关系，也可以用测定回流液体量计算蒸汽上升的空塔速度的方法，定量讨论等板高度与蒸汽上升空塔速度之间的关系。

### 三、实验装置



本实验装置由填料精馏塔、控制柜及计算机三部分组成。控制柜的面板布置如图所示。精馏塔由直径为 20mm 高度为 1400mm 的精馏柱，分馏头和容积为 500ml 的蒸馏釜三部分组成。精馏柱内所装填料为 2×2mm 不锈钢θ网环。塔体全部由玻璃制成，塔外壁采用透明导电膜保温，塔釜采用电热套加热，分馏头用自来水冷却。通过调节冷却水流量，控制塔顶回

流液的温度。

电热套温度设定后,由控制柜自动控制,随之也控制了塔釜的蒸发量和上升蒸汽的速度。塔顶蒸汽温度  $T_v$ 、塔釜液温度  $T_w$  和电热套温度  $T_b$  随时间变化也由计算机自动记录。

## 四、实验方法与步骤

本实验采用体积比为 1:9 左右的乙醇和正丁醇混合物作为实验液,此时乙醇的摩尔浓度为 14.46%左右。

实验操作可按如下步骤进行:

- (1) 将配制好的实验液约 300ml 加入蒸馏釜内,并加入少量沸石;
- (2) 向塔顶冷凝器内通入冷却水,并保持流量稳定;
- (3) 启动计算机,软件使用方法见附录;
- (4) 打开控制柜电源开关,设定好电热套加热温度,电流调节至 0.5A 左右;
- (5) 待料液沸腾后,打开塔身上下段保温开关,电流调至 0.1A 左右;
- (6) 全回流操作,待精馏体系完全稳定后,记录各测温点温度,填料层的压强降。并从取样口取样,用通有 25℃ 恒温水的 *Abbe* 折光仪测定样品的折光率,多次取样,以测得的数据稳定为准;
- (7) 重新设定电热套加热温度,重复步骤(6),直至实验结束;
- (8) 实验完毕,先将各加热电流回零,在关闭电源,待物料冷却后,停止冷凝水。

## 五、实验数据与处理

### 1. 测量并记录实验设备和实验液的基本参数

#### (1) 填料柱的基本参数

柱体内径  $d=$                       m;

填料层高度  $h=$                       m;

填料形式:                                      ;

填充方式:                                      ;

规格(粒径)  $d_0=$                       mm;

#### (2) 实验液及其物性数据

实验混合液的物系 A=                      B=                      ;

实验混合液的配比:                                      ;

各纯组分的摩尔质量  $M_A=$                        $M_B=$                       ;

各纯组分的沸点  $T_A=$                        $T_B=$                       ;

各纯组分的折光率(25℃)  $D_A=$                        $D_B=$                       ;

## 2. 数据记录

实验序号	
釜内压强（表） $P/\text{mmH}_2\text{O}$	
填料层压降 $\Delta P_r/\text{mmH}_2\text{O}$	
塔顶蒸汽温度 $T_v/^\circ\text{C}$	
回流液温度 $T_d/^\circ\text{C}$	
塔釜液温度 $T_w/^\circ\text{C}$	
电热套温度 $T_b/^\circ\text{C}$	
回流液折光率 $D_d^{25^\circ\text{C}}/-$	
釜残液折光率 $D_w^{25^\circ\text{C}}/-$	

## 3. 实验数据整理

实验序号	
回流液折光率 $D_d^{25^\circ\text{C}}/-$	
回流液组成 $x_d/\text{摩尔分率}$	
釜残液折光率 $D_w^{25^\circ\text{C}}/-$	
釜残液组成 $x_w/\text{摩尔分率}$	
柱顶相对挥发度 $\alpha_d/-$	
柱底相对挥发度 $\alpha_w/-$	
平均相对挥发度 $\alpha/-$	
理论塔板数 $N_{TO}/\text{块}$	
等板高度 $h_e/\text{m}$	

## 实验十三 内循环反应器无梯度实验

### 一、实验目的

1. 掌握一种测定停留时间分布的实验技术；
2. 对内循环反应器进行无梯度实验，确定无梯度的边界条件；
3. 了解内循环反应器的原理和特点；
4. 加深对反应器理想流动模型的理解。

### 二、实验原理

内循环气--固相催化反应器是一种连续搅拌釜式反应器。当反应器内达到无梯度状态，在反应器流动的物料内达到完全返混，即实现了理想的全混流模型。因此，只要通过测定气体流过反应器的停留时间分布，确定是否实现了全混流，便可以决定反应器是否达到了无梯度。

测定气体通过反应器的停留时间，常用的方法有脉冲激发--响应法和阶跃激发--响应法。阶跃激发--响应法是在某一个瞬间，在反应器入口处，向定常态流动的主物流中突然加入稳定流量的示踪剂。与此同时，在反应器出口处连续测定示踪剂的浓度随时间的变化，即示踪剂响应曲线。清洗法的操作步骤恰好与上述阶跃法相反，即在入口处突然中断主物流中示踪剂的流入，同时测定出口物流中示踪剂的浓度随时间的变化。

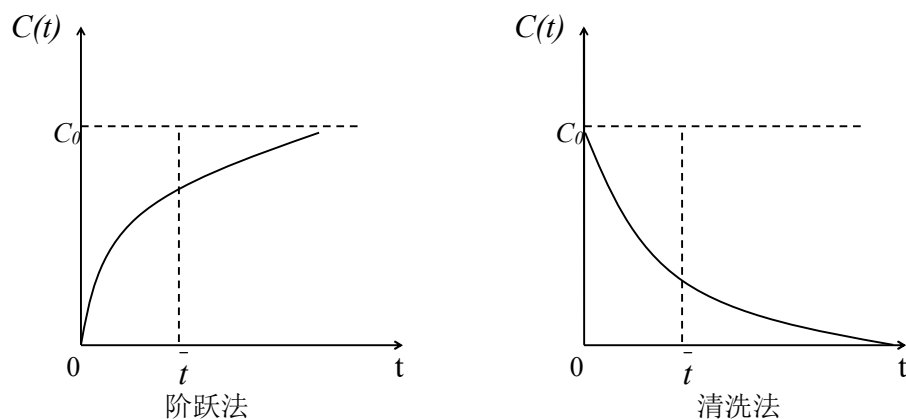


图 1 示踪剂浓度响应曲线

若反应器内物料流动达到了全混流，则反应器内各处的浓度必定相等，并且与反应器出口处的浓度完全相同。若采用清洗法测定停留时间分布，并设定：

反应器的自由体积为  $V_0$ ；

物料进入反应器的体积流量为  $V_{S,0}$ ；

物料流出反应器的物料体积流量为  $V_S$ ；

入口物料流中示踪剂的浓度为  $C_0$ ；

出口物料流中示踪剂的浓度为  $C(t)$ 。

则从将反应器入口处示踪剂物流切换关闭（即  $C_0=0$ ）的瞬时算起，直至出口物料流中示踪剂的浓度逐渐由  $C(t)=C_0$  降至  $C(t)=0$  时止，在此期间内的某一时刻取时间间隔  $dt$ ，对示踪物进行物料衡算，可得物料衡算式：

$$V_{s,0} C_0 - V_s C(t) = \frac{V_0 dC(t)}{dt} \quad (1)$$

由于入口物料流中示踪剂浓度  $C_0=0$ ，则上式经整理后可得

$$-\frac{dC(t)}{C(t)} = \frac{V_s}{V_0} dt \quad (2)$$

按下列边界条件，积分上式：

$t=0$  时，出口处瞬时浓度  $C(t=0)=C_0$

$t=t$  时，出口处瞬时浓度  $C(t=t)=C(t)$

$$-\int_{C_{\max}}^{C(t)} \frac{dC(t)}{C(t)} = \frac{V_s}{V_0} dt \quad (3)$$

由此可得

$$-\ln \left[ \frac{C(t)}{C_{\max}} \right] = \frac{V_s}{V_0} t \quad (4)$$

对于定常、恒容、进口出口无返混的流动体系， $V_s=V_{s,0}$ ， $\frac{V_0}{V_{s,0}} = \bar{t}$ 。并且已知累计停留时间分布函数  $F(t) = \frac{C(t)}{C_{\max}}$ ，则上式又可表示为

$$-\ln F(t) = \frac{t}{\bar{t}} \quad (5)$$

由此可见，反应器达到全混流时， $-\ln F(t)$  与  $t$  呈线性关系，且回归直线的斜率等于  $(\bar{t})^{-1}$ 。

若以无量纲时间  $\theta = \frac{t}{\bar{t}}$  为时间标示，且已知  $F(\theta) = F(t)$ ，则上式又可表示为

$$-\ln F(\theta) = \theta \quad (6)$$

由此式可见，反应器达到全混流时， $-\ln F(\theta)$  与  $\theta$  呈线性关系，且回归直线的斜率等于 1，截距为 0。

根据上述原理，只要将用清洗法测得的停留时间分布数据标绘成  $-\ln F(t) \sim t$  曲线，或者  $-\ln F(\theta) \sim \theta$  曲线，即可由曲线的线性相关性、斜率和截距来检验判断，反应器在该操作条件下是否已经实现了全混流，亦即反应器内是否已经实现了浓度和温度无梯度。



本实验以氮气为主物流气体，氢气为示踪剂，并采用热导检测器，检测反应器出口示踪气体的浓度随时间的变化关系。若采用计算机直接采集数据，且已知示踪物浓度  $C(t)$  与测得的不平衡电位  $U(t)$  (mV) 呈过原点的线性关系，则

$$t = \frac{n}{u} \quad (7)$$

$$F(t) = \frac{C(t)}{C_{\max}} = \frac{U(t)}{U_{\max}} \quad (8)$$

将实验测得的原始数据，按 (7) (8) 式换算后，标绘出  $-\ln F(t) \sim t$  和  $-\ln F(\theta) \sim \theta$  关系曲线，根据标绘曲线的线性相关程度、斜率和截距进行检验判断。若实验数据点完全落在一条直线上，即  $-\ln F(\theta) \sim \theta$  关系曲线与斜率为 1，截距为 0 的直线完全重合，且数据的线性相关系数接近 1，则反应器内的浓度分布达到了无梯度，否则未能达到无梯度。

### 三、实验装置

本试验装置主要由内循环反应器、气路控制箱、电路控制箱和配有 A / D 转换板的计算机四部分组成，其装置流程如图 2 所示。主物流气体氮气来自氮气钢瓶，经减压阀和稳压阀导入反应器的气体入口。自反应器的出口排出气体，其中一路经主流气体流量计计量后放空；另一路通过热导池的工作臂，再经流量计计量后放空。热导池参考臂所需之气体，直接来自氮气钢瓶，先经减压阀和稳压阀，后经流量计计量后放空。示踪气体来自氢气发生器，经流量计计量后，通过截止阀的切换，将一定流量的示踪气体加入或停止加入到主气流中。出口气体中示踪气体的浓度变化用热导检测器进行检测，检测信号通过接口输入计算机。

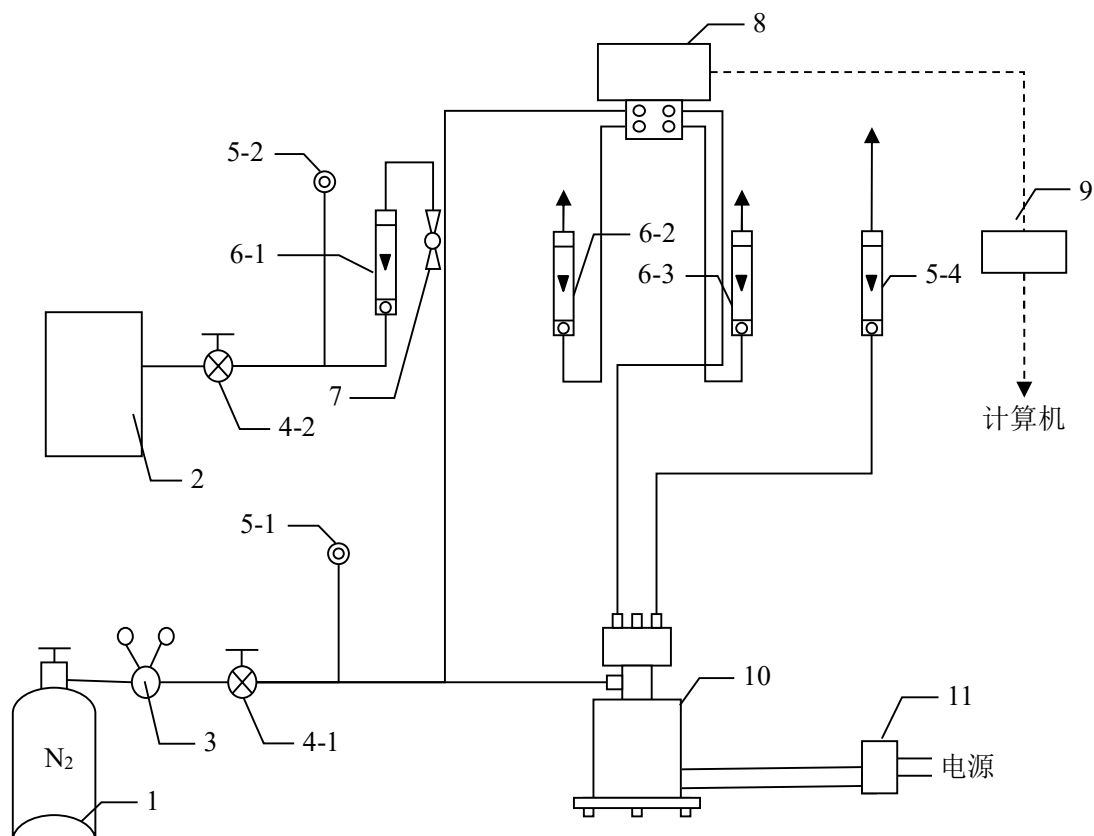


图 2 实验装置流程图

1 氮气钢瓶； 2 氢气发生器； 3 氮气减压阀； 4-1 氮气稳压阀 4-2 氢气稳压阀；  
5-1 氮气压力表 5-2 氢气压力表； 6-1 氢气转子流量计 6-2 参考臂流量计  
6-3 工作臂流量计 6-4 主气流流量计； 7 氢气截止阀； 8 热导池； 9 A/D 转换板；  
10 内循环反应器； 11 转速调速器

## 四、实验方法与步骤

首先，做好实验前的准备工作：

(1) 开启氮气钢瓶，调节减压阀后压力为 0.3 MPa，稳压阀后压力为 0.10 ~ 0.15 MPa。

(2) 按下列参考数据调节氮气流量：

主流氮气流量：400 ~ 800 ml / min

热导池参考臂气体流量：60 ~ 80 ml / min

热导池工作臂气体流量：60 ~ 80 ml / min

(3) 待各路气体稳定后，开启电路箱和计算机，设定参数，计算机进入数据采集程序，待用。开启热导检测器，稳定约 1 小时后，进行池平衡调零工作。

(4) 开启氢气发生器，调节稳压阀后压力为 0.10 ~ 0.15 MPa。

然后，在一定流量下，按如下步骤用清洗法测定停留时间分布：

(1) 在 0 ~ 3000 转/分的范围内，调节搅拌转速；

(2) 调节示踪气（氢气）的流量，使屏幕上显示最高电压值  $U_{\max}=600 \sim 900 \text{ mV}$  为宜；  
(3) 待  $U_{\max}$  值稳定不变后，快速关闭氢气截止阀，与此同时在计算机键盘上点击数据采集；

(4) 根据实验需要，点击终止数据采集，终止数据采集。将采集到的数据赋予文件名后保存待用。

改变转速，重复上述实验步骤，由此可得在一定流量下，不同转速时的停留分布时间实验数据。但需要注意的是，每次改变转速，都必须重新检查和调节池平衡的零点。

改变气体流量，重复进行实验。

通过上述一系列实验可寻求反应器实现无梯度的最大流量和最低搅拌转速。

实验数据采集和处理完成后，按如下步骤进行停机操作：

- (1) 将搅拌转速调回零点；
- (2) 将桥路工作电流调回零点，并关掉电源；
- (3) 关闭各路气体调节阀；
- (4) 关闭电路箱电源开关，关闭计算机。

## 五、实验注意事项

1. 开机时，必须先通气，后通电；关机时相反，以保证热导池在有气体流通状态下运行，防止烧毁热导池。

2. 为了保证热导检测器的工作稳定，实验前必须先预热 1 小时以上。为保证测定精确，必须仔细耐心调节池平衡和热导调零。实验过程中，必须保持各路气体流量和桥路工作电流的稳定。

3. 使用气体高压钢瓶必须严格按照操作规程操作，注意安全。

## 六、实验数据处理

### 1. 记录实验设备与操作的基本参数

#### (1) 内循环反应器

装填颗粒物种类：\_\_\_\_\_；

颗粒直径  $d_p=$  \_\_\_\_\_ mm；

颗粒装填量  $V_p=$  \_\_\_\_\_ ml；

自由体积  $V_0=$  \_\_\_\_\_ ml；

#### (2) 热导检测器工作参数

工作电流  $I=$  \_\_\_\_\_ mA；

参考臂气体流量  $V_r=$  \_\_\_\_\_ ml / min；

工作臂气体流量  $V_w=$  \_\_\_\_\_ ml / min；

### 2. 实验数据记录

主流气体流量  $V_{S,0}=$  \_\_\_\_\_ ml / min；

示踪气体流量  $V_{S,i}=$  \_\_\_\_\_ ml / min；

搅拌器转速  $R=$  ml / min;  
 数据采集频率  $u=$  次 / 秒;

实验序号	
数据采集累计数 $n$ / 次	
电压值 $U(n)$ / mV	

### 3. 实验数据整理

(1) 将实验数据按下表整理，列出表中各项计算式

实验序号	
时间 $t$ / s	
分布函数 $F(t)$ / —	
$-\ln F(t)$ / —	

(2) 按上表绘出  $F(t) \sim t$  停留时间分布曲线和  $-\ln F(t) \sim t$  检验曲线，计算检验曲线的线性相关系数、回归系数和平均停留时间；

(3) 将实验数据再按下表整理，列出表中各项计算式

实验序号	
无因次时间 $\theta$ / s	
分布函数 $F(\theta)$ / —	
$-\ln F(\theta)$ / —	

(4) 按上表绘出  $F(\theta) \sim \theta$  停留时间分布曲线和  $-\ln F(\theta) \sim \theta$  检验曲线，并在  $-\ln F(\theta) \sim \theta$  图上绘出对角线为参考线。计算检验曲线的线性相关系数、回归系数和平均停留时间；

(5) 综合判断该气体流量和搅拌转速下，反应器内是否达到了无梯度。