

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Емельянов Сергей Геннадьевич
Должность: ректор
Дата подписания: 02.10.2024 23:21:25
Уникальный программный ключ:
9ba7d3e34c012eba476ffd2d064cf2781953be730df2374d16f3c0ce536f0fc6

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)
Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова
« 2 » 10 2023 г.



Массопередача в системах с жидкой и твёрдой фазой
Методические указания к выполнению лабораторных работ
по курсу «Процессы массопередачи» и «Дополнительные главы
процессов и аппаратов»
для студентов направления подготовки
18.04.01 - Химическая технология

Курск 2023

УДК 66.03; 66.08; 66.93

Составитель: С.Д. Пожидаева

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *Н.В. Кувардин*

Массопередача в системах с жидкой и твёрдой фазой: Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Процессы массопередачи» и «Дополнительные главы процессов и аппаратов» для студентов направления подготовки 18.04.01 - Химическая технология/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: С.Д. Пожидаева. Курск, 2023. 28 с. табл. 10. рис. 3

Приведены указания к лабораторным работам для закрепления теоретических знаний по дисциплине «Процессы массопередачи» и «Дополнительные главы процессов и аппаратов» с целью формирования у студентов современных представлений об обязательных в любом химическом процессе стадий массопереноса на должном макрокинетическом уровне, их научных основах и перспективных направлениях, освоение принципов составления математических моделей обозначенного процесса, а также оперирования такими моделями для получения необходимых результатов в химической практике.

Методические указания предназначены для бакалавров направления 18.04.01 - «Химическая технология».

Текст печатается в авторской редакции
Подписано в печать . Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. Уч.-изд.л. Тираж 35 экз. Заказ 944. Бесплатно
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

СОДЕРЖАНИЕ

	стр
Введение	4
Лабораторная работа №1. Кинетические уравнения (уравнения скорости) адсорбции в зависимости от природы её лимитирующей стадии	4
Лабораторная работа №2. Изучение факторов управления процессом растворения продуктов взаимодействия в органических средах	5
Лабораторная работа №3. Экспериментальное определение скорости сушки	6
Лабораторная работа №4. Изучение растворимости солей металлов в кинетическом варианте	9
Лабораторная работа №5. Изучение процесса фазообразования веществ в водных растворах и факторов, влияющих на процесс	11
Лабораторная работа №6. Законы фазового равновесия при разделении жидких смесей с помощью перегонки с дефлегмацией	13
Лабораторная работа №7. Законы фазового равновесия при экстракции	16
Лабораторная работа №8. Формирование защитного покрытия в процессе его сушки	17
Лабораторная работа №9. Изучение процесса испарения растворителя	19
Библиографический список	21
Вопросы для подготовки	21

Введение

Работы предназначены для закрепления теоретических знаний по дисциплине «Процессы массопереноса» и «Дополнительные главы процессов и аппаратов» с целью формирования у студентов современных представлений об обязательных в любом химическом процессе стадий массопереноса на должном макрокинетическом уровне, их научных основах и перспективных направлениях, освоение принципов составления математических моделей обозначенного процесса, а также оперирования такими моделями для получения необходимых результатов в химической практике

В методических указаниях излагаются требования к подготовке и проведению лабораторных работ, написанию отчета в плане его построения и оформления. В методику включено порядок выполнения эксперимента, методы обработки и анализа полученных результатов работы с целью освоения методов физико-химического исследования, получения навыков математической обработки экспериментальных данных и объяснения выявленных закономерностей.

Лабораторная работа №1

Кинетические уравнения (уравнения скорости) адсорбции в зависимости от природы её лимитирующей стадии

Цель работы: познакомиться с техникой проведения эксперимента, получить необходимые данные для получения кинетического уравнения адсорбции.

Порядок выполнения работы

1. Получить у преподавателя предназначенный для адсорбции раствор и адсорбент.
2. Обосновать метод анализа содержания растворенного вещества в растворе (титрометрический, спектрофотометрический). Для этого в отчете по лабораторной работе представить краткую характеристику известных способов определения концентрации анализируемого вещества, сравнить их эффективность в данных условиях и обосновать выбор своего метода. При необходимости построить калибровочный график.
3. Взвесить требуемое количество адсорбента.

4. Внести адсорбент в анализируемый раствор, зафиксировать этот момент за начало процесса.
5. Через определенные промежутки времени определять содержание анализируемого вещества в растворе. Количество измерений должно быть не меньше 5.
6. В момент, когда концентрация анализируемого вещества в растворе перестанет изменяться, процесс прекратить.
7. Построить изотерму адсорбции. Используя известные адсорбционные уравнения, получить кинетические параметры сорбции.
8. По уравнению Фрейндлиха определить эффективность используемого адсорбента.
9. При необходимости составить материальный баланс выполненного процесса.
10. Составить пооперационную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет.

Лабораторная работа №2

Изучение факторов управления процессом растворения продуктов взаимодействия в органических средах

Цель работы: получить необходимые данные для изучения растворимостей.

Порядок выполнения работы

1. Провести оценку растворимостей вещества в различных растворителях в условиях естественного растворения при эпизодических перемешиваниях и анализе осветленной жидкой фазы для 10-20 растворителей (по указанию преподавателя), в соответствии с пооперационной схемой, представленной на рисунке 1.

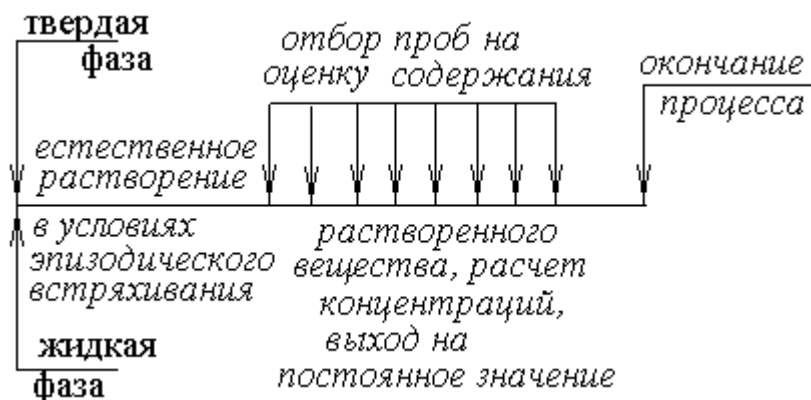


Рисунок 1 – Пооперационная схема оценки растворимостей вещества в различных растворителях в условиях естественного растворения

2. Оценить влияние температуры на процесс растворения в условиях естественного растворения при эпизодических перемешиваниях в соответствии с пооперационной схемой, представленной на рисунке 2.

3. На основании и теоретических сведений предложить вещества (2-3 по указанию преподавателя), добавки которых способны повлиять на растворимость веществ в условиях естественного растворения при эпизодических перемешиваниях и оценить их влияние, подтверждая или опровергая сделанное предположение

4. Используя одну из проанализированных добавок в п.3, оценить влияние концентрационного фактора на растворимость веществ в условиях естественного растворения

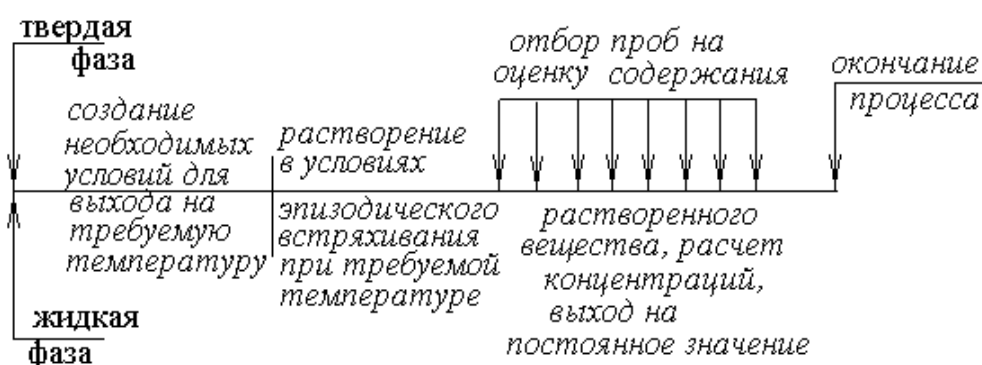


Рисунок 2 – Пооперационная схема оценки растворимостей вещества в условиях растворения при требуемой температуре

5. Составить материальный баланс выполненного процесса.
6. Составить пооперационную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет.
7. Сделать соответствующие выводы и оформить отчет.

Лабораторная работа №3

Экспериментальное определение скорости сушки

Цель работы: на примере контактной сушки полученных в процессе фильтрования и предварительно измельченных твердых осадков ознакомиться с кинетическими закономерностями процесса.

Сушка твердых материалов является распространенной операцией как в промышленности, так и лаборатории. В последней доминирует контактная сушка в периодическом варианте исполнения. В процессе сушки удаляется сорбированная, захваченная вода, либо

другой растворитель. Обычно изменения агрегатного состояния и других фазовых переходов не происходит. Но если последние имеют место, то имеют место варианты осложненной сушки.

К наиболее часто встречающимся вариантам осложнения относятся: плавление твердой фазы, сопровождающееся потерей кристаллизационной воды; растворение твердой фазы в захваченном ею растворителе при повышении температуры, возгонка твердого вещества и т.д. Такие явления влияют на скорость сушки и коренным образом ее изменяют.

Чтобы воспользоваться основным уравнением кинетики сушки, необходимо знать зависимость влагосодержания тела от времени. Эту зависимость можно получить, решая систему дифференциальных уравнений тепло- и массопереноса. Задача является достаточно сложной, так как существенно нелинейна. Поэтому на практике при кинетических расчетах используют приближенные уравнения. Одной из зависимостей, широко освещенной в литературе, является уравнение Г. К. Филоненко (1) для приведенной скорости сушки

$$\phi = -\left(\frac{1}{N} \cdot \frac{dC}{d\tau}\right) = \frac{(C - C_p)^n}{A + B(C - C_p)^n} \quad (1)$$

где ϕ - приведенная скорость сушки; N – скорость сушки в первом приближении; A , B , n – постоянные, определяемые из опыта

Согласно теории Г. К. Филоненко, коэффициент n характеризует форму связи влаги с материалом и не зависит от размеров и формы образца. Коэффициенты A и B зависят от толщины материала. Для определения времени сушки по этому уравнению необходимо знать четыре постоянные, что затрудняет его практическое использование. А.В. Лыков предложил метод замены действительной кривой скорости сушки в период падающей скорости, имеющей сложный вид, в результате чего уравнение кривой скорости сушки тогда будет иметь вид

$$-\frac{dC}{d\tau} = K(C - C_p) \quad (2)$$

$$K = \frac{N}{(C_{KB} - C_p)} = \chi N \quad (3)$$

где K - коэффициент пропорциональности или коэффициент сушки, χ - относительный коэффициент сушки, зависит от свойств материала и начальной его влажности; C_{KB} – критическое приведенное влагосодержание. Интегрирование уравнения дает

$$\frac{(C - C_p)}{(C_{KB} - C_p)} = e^{-\chi N \tau} \quad (4)$$

Порядок выполнения работы

1. Получить подробное задание на эксперимент и материал, предназначенный для сушки. Определить его массу и выполнить входной контроль на содержание летучего растворителя.

2. Установить регулятор температуры термошкафа на требуемое значение и начать прогрев. При достижении требуемой температуры, установить на одну из полок емкость с высушиваемым материалом, предварительно измельчив осадок с помощью шпателя.

3. Через определенные промежутки времени емкость с высушиваемым материалом вынимать из термошкафа и взвешивать, после чего снова помещать в сушильный шкаф, при необходимости разрыхляя шпателем, не допуская потерь за счет просыпания, разбрасывания и т.д. Полученные результаты занести в таблицу 10.

4. Минимальное число контрольных взвешиваний должно быть не менее 4 (не считая исходного). Все замеченные изменения сразу заносить в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты изучения контактной сушки образцов

Время контрольного взвешивания (по часам)		Время от начала эксперимента, мин*	Масса высушиваемого материала с тарой, г	Масса высушиваемого материала, г	Изменение внешнего вида высушиваемого материала,
Начало (выемка из термошкафа)	Окончания (постановка в термошкаф)				

*-время контрольных взвешиваний не учитывается

5. Операцию по п.5 продолжать до тех пор, пока 2-3 контрольных измерения перестанут изменяться. Образец достать, сушильный шкаф отключить.

6. Оценить, сколько летучего вещества было удалено в процессе сушки. Построить кинетические кривые изменения массы

высушиваемого материала и изменения массы удаляемого растворителя.

7. Построить кинетические кривые изменения массы высушиваемого образца и изменения массы удаляемого растворителя.

8. Определить кинетические параметры сушки графическим дифференцированием кинетических кривых.

9. Охарактеризуйте режим протекания сушки в условиях проводимого опыта

10. Посчитать значение критического влагосодержания

11. Составить пооперационную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет, материальный баланс выполненного процесса.

Лабораторная работа №4

Изучение растворимости солей металлов в кинетическом варианте

Цель работы: познакомиться с техникой проведения эксперимента по изучению характеристик процесса растворения, получить необходимые данные для построения кривых растворимостей и определения констант растворения, получить информацию о растворимости солей кинетическим способом.

В общем виде кинетика классического растворения твёрдого вещества A описывается уравнением

$$W = K_m \cdot F \cdot ([A]_{пред} - [A]), \quad (5)$$

где W – скорость растворения; K_m – коэффициент массопередачи; F – поверхность контакта фаз (поверхность твердой фазы растворяемого вещества); $[A]$ – концентрация растворяемого вещества в жидкой фазе на текущий момент времени, $[A]_{пред}$ – концентрация вещества A в растворе жидкой (жидкой фазе), равновесная с содержанием этого вещества в твердой фазе. Если производится растворение индивидуального вещества, то $A_{пред}$ – его растворимость в выбранных жидкой фазе и условиях.

В условиях $K_m \cdot F \sim const$, уравнение (5) может быть проинтегрировано с целью получения анаморфозы кинетической кривой растворения, из которой легко определяются $K_m \cdot F$

Чтобы достичь $k_{эф} = K_m \cdot F \approx const$ необходимо выполнить следующие обязательные условия: 1) перемешивание должно быть как можно более интенсивным, стабильным во времени и охватывать

всю область зоны проведения процесса растворения; 2) используемый аппарат не должен содержать никаких застойных и тем более мертвых зон; 3) уменьшение поверхности твердой фазы растворяемого вещества за счет его растворения вплоть до достижения насыщенного раствора должно быть небольшим в сравнении с начальной величиной F (чтобы можно было им пренебречь). В таком случае уравнение (5) примет вид

$$\frac{d[A]}{d\tau} = k_{\text{эф}} ([A]_{\text{пред}} - [A]) \quad (6)$$

интегрирование которого при $\tau=0$; $[A]=0$ приводит к

$$\ln \frac{[A]_{\text{пред}}}{[A]_{\text{пред}} - [A]} = k_{\text{эф}} \tau \quad (7)$$

Строя график в соответствии с уравнением (20), находят численное значение $k_{\text{эф}} = K_m \cdot F \approx \text{const}$, что раскрывает возможность оценки величины K_m при известном значении F или же наоборот величины F при предварительно найденном значении K_m .

Порядок выполнения работы

1. Получить сведения о загружаемых компонентах. В частности: сведения о природе и количестве продукта и растворителя, общую массу загрузки, тип реактора.

2. Выбрать и обосновать выбор устройства для перемешивания с целью получения раствора требуемой соли.

3. В колбу, с помещенной в него телом вращения, или стеклянный реактор бисерной мельницы вертикального типа ввести одновременно продукт, растворитель или раствор кислоты в соответствующем растворителе (исходя из предварительно определенного значения растворимости) и бисер (при необходимости). Включить перемешивание, этот момент принять за начало процесса.

4. Провести процесс растворения с отбором проб на анализ. Для этого по ходу процесса через определенные промежутки времени отбирать пробы фиксированного объёма, отфильтровать при необходимости и взвесить. Количественно перенести в стеклянный стакан для определения концентрации соли. Результаты внести в таблицу 2.

5. Построить кинетическую кривую растворения.

6. Рассчитать константу растворения. Для этого построить

анаморфозу кинетической кривой $\ln \frac{[A]_{\text{пред}}}{[A]_{\text{пред}} - [A]} = f(\tau)$, по тангенсу угла которой определить константу растворения

Таблица 2 - Форма таблицы для записи полученных результатов

τ , час	τ , мин	масса пробы, г	$V_{\text{тр}}$, мл	$[C_{\text{прод}}]$, моль/кг

7. Повторить процессы п.п. 3-4 при 4-5 разных температурах и рассчитать энергию активацию процесса растворения.

8. Составить пооперационную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет.

Лабораторная работа № 5

Изучение процесса фазообразования веществ в водных растворах и факторов, влияющих на процесс

Цель работы: познакомиться с техникой проведения эксперимента варианта гомогенного зародышеобразования, изучить факторы, влияющие на размер частиц.

С термодинамической точки зрения зарождение новой фазы связано с двумя процессами: собственно формированием новой структуры; возникновением в исходном объеме поверхности раздела, ограничивающей некоторое количество новой фазы. Появление новой фазы будет термодинамически выгодно, если уменьшение объемной свободной энергии от фазового превращения ΔG_f при образовании зародышей из m частиц больше, чем энергетические затраты на образование поверхности раздела $\Delta G_{\text{пов}}$

$$\Delta G = - \Delta G_f m + \Delta G_{\text{пов}} < 0.$$

Гомогенное образование зародышей при получении наносред встречается, когда частицы новой фазы не соприкасаются с поверхностью какого-либо твердого тела, а именно в методах испарения-конденсации, химического диспергирования. Увеличение неравновесности системы приводит к получению материалов с меньшим размером частиц: рост давления p в зоне фазообразования, концентрации раствора C по кристаллизующемуся веществу, степени переохлаждения ΔT при затвердевании приводит к увеличению ΔG .

Следовательно, в процессах получения целесообразно создание

неравновесных условий. Например, в методе испарения-конденсации необходимо высокое давление паров конденсируемого вещества; в методе химического осаждения — пересыщение исходного раствора; при распылении расплава — большая скорость охлаждения.

Методика проведения работы

1. Получить исходное контрольное задание на эксперимент. В частности: сведения о природе и количестве продукта, общую массу загрузки.

2. Выбрать растворитель. Подборка растворителя включает следующие операции:

2.1. В пробирку поместить небольшое количество предварительно измельченного очищаемого вещества (~0,05 г).

2.2. Добавляя в пробирку 0,5-1,0 мл растворителя и тщательно взбалтывая 10-20 мин, убедиться, что твердое вещество не растворимо при комнатной температуре в выбранном растворителе. В противном случае растворитель надо заменить.

2.3. Подобранный растворитель, пробирку нагревают до 80-100°C и наблюдают за растворением продукта при нагревании. Желательно, чтобы процесс был не только заметен, но и достаточно быстр.

2.4. Проводят принудительное охлаждение пробирки. Растворитель считается подобран верно, если кристаллизация легко начинается и интенсивно протекает.

2.5. Если пригодных растворителей несколько, то выбирают менее токсичный и более удобный. Если индивидуальный растворитель не удастся подобрать, то переходят к смесевым растворителям. Для этого вещество растворяют в растворителе с высокой растворяющей способностью, а к полученному горячему раствору добавляют растворитель с плохой растворяющей способностью до тех пор, пока не появится устойчивое помутнение. Полученную систему нагревают до получения полностью прозрачного раствора и оставляют на кристаллизацию. Оба растворителя должны смешиваться друг с другом во всех отношениях.

3. Взвесить вещество и растворитель.

4. Нагреть смесь до начала кипения при перемешивании. Стабилизировать нагрев и продолжать до тех пор, пока твердое вещество полностью не растворится.

5. Во избежание потерь вещества до начала кристаллизации, рекомендуется использовать горячее фильтрование. Горячий концентрированный раствор отфильтровать, используя налив суспензии на стеклянную палочку и стекание с нее в центральную зону фильтра.

6. По завершении фильтрования фильтр удалить и взвесить. Фильтрованный раствор должен представлять собой полностью прозрачный раствор.

7. Часть раствора ($\sim 1/2$) охладить в бане с холодной водой, зафиксировав массу раствора. Вторую часть раствора охладить при комнатной температуре. Массу раствора записать.

8. Охарактеризовать дисперсность и форму образующихся кристаллов. Полученные результаты внести в таблицу 3.

Таблица 3 – Результаты изучения процесса фазообразования веществ и факторов, влияющих на процесс

Условия процесса фазообразования		Характеристики фазообразования в системе			
Природа растворителя	Степень охлаждения ΔT , °C	Скорость образования	Дисперсность осадка	Форма образующихся кристаллов	Масса кристаллов, г

9. Сделать вывод о влиянии различных факторов на процесс.

10. Отфильтровать образовавшийся осадок, взвесить его и высушить. Определить массу высушенного осадка.

11. Определить вес полученного фильтрата и содержание растворенного вещества в нем.

12. Составить материальный баланс выполненного процесса, пооперационную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет.

Лабораторная работа №6

Законы фазового равновесия при разделении жидких смесей с помощью перегонки с дефлегмацией

Цель работы: познакомиться с техникой проведения эксперимента, получить необходимые данные для получения фазовой диаграммы равновесия.

Фракционная перегонка - последовательное многократное повторение процесса испарения и конденсации, которое используется

для разделения однородной смеси жидкостей, кипящих при различной температуре и не образующих друг с другом постоянно кипящих смесей. В основе всякой дробной перегонки лежит закон фазового равновесия в системе жидкость – пар, открытый Д. П. Коноваловым: «пар обогащен тем компонентом, прибавление которого к жидкости понижает ее температуру кипения» (т. е. более легкокипящим).

Паровая фаза при любой температуре кипения содержит большее количество низкокипящего компонента, чем жидкая фаза; при этом каждой температуре кипения соответствуют строго определенные составы жидкости и пара. Таким образом, пар, образующийся из кипящей бинарной смеси, всегда содержит оба компонента, но обогащен более летучим из них. При полной конденсации такого пара получается жидкость с тем же составом, что и пар. При вторичной перегонке этой жидкости образуется пар, еще более обогащенный легкокипящим компонентом. Следовательно, в результате многократного повторения условий фазового равновесия (перегонки) для каждой первой фракции можно в конечном счете получить в первой фракции компонент смеси, не содержащий другого компонента. Соответственно, последняя фракция будет состоять из чистого высококипящего компонента первоначальной смеси. В этом заключается принцип разделения дробной перегонки.

Порядок выполнения работы

1. Определить содержание легколетучего и (или) тяжелокипящего компонентов с помощью применяемых в лаборатории методов анализа.

2. Собрать установку для перегонки.

3. Снабдив куб кипелками, включить обогрев. Подать охлаждающую воду на холодильник. Довести жидкость в кубе до кипения и проводить процесс таким образом, чтобы скорость перегонки не превышала 1-2 капли дистиллята в 2 секунды, наилучшее разделение достигается при 10-ти капель в минуту.

4. Отобрать в пробирку первую порцию дистиллята (1-1,5 мл) и определить содержание компонентов в ней. Результаты занести в таблицы 4-5.

5. Продолжить отбор дистиллята в приемник, в качестве которых можно использовать мерные цилиндры. Как только количество

собранный жидкости достигнет 30-35 мл (объем четко зафиксировать), в следующую пробирку отбирают пробу на анализ, фиксируя время проведения операции. Параллельно отбирается проба на анализ состава кубовой жидкости. После того, как отобрана вторая проба, подставляется второй цилиндр-приемник, куда вновь собирается 25-35 мл дистиллята. Результаты занести в таблицы 5-6.

Таблица 4 – Экспериментальные данные, полученные при перегонке

Время, мин		объем отобранного дистиллята, мл	компонент А											
от начала дистилляции	отбора кубовой жидкости		в кубе			в текущем дистилляте			в усредненном дистилляте					
			объем пробы, мл	значение параметра	[А], моль/л	объем пробы, мл	значение параметра	[А], моль/л	объем пробы, мл	Значение параметра	[А], моль/л			

Таблица 5 – Экспериментальные данные, полученные при перегонке

Время, мин		объем отобранного дистиллята, мл	компонент В											
от начала дистилляции	отбора кубовой жидкости		в кубе			в текущем дистилляте			в усредненном дистилляте					
			объем пробы, мл	значение параметра	[В], моль/л	объем пробы, мл	значение параметра	[В], моль/л	объем пробы, мл	Значение параметра	[В], моль/л			

6. Операция п.5 повторяется 6-8 раз, пока общий объем собранного дистиллята не превысит половины объема перегоняемой жидкости. Результаты занести в таблицы 4-5.

7. Дистиллят из первого цилиндра перелить в колбу емкостью 500 мл и определить содержание компонентов ней. Затем в эту же колбу вылить содержимое второго цилиндра, тщательно перемешать и определить содержание компонентов ней. Подобным образом поступить со всеми цилиндрами-приемниками для получения характеристик усредненного дистиллята на фиксированный момент времени. Полученные данные внести в таблицы 4-5.

8. Измерить давление в период выполнения экспериментальной части.

9. Составить пооперационную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет.

Лабораторная работа №7

Законы фазового равновесия при экстракции

Цель работы: познакомиться с техникой проведения эксперимента, освоить эту технику, получить необходимые данные для изучения фазовой равновесия при экстракции.

Порядок выполнения работы

1. Получить реакционную смесь на разделение. Залить полученный раствор в делительную воронку и оставить для разделения.

2. Провести экстракцию, в сочетании с получением данных для составления материального баланса. Для этого медленно провести отбор первой порции системы воронки, зафиксировав на какой высоте эта первая порция находилась. Отбор порции проводить медленно, чтобы стекание верхнего слоя успевало за перемещением фронта жидкости и не приводило к перемешиванию слоев. Таких порций должно быть не менее 5. Рекомендуется предварительно пронумеровать приемники. Отбор проводить до полного опорожнения воронки.

3. Все отобранные порции должны быть взвешены и проанализированы на содержание сухого остатка и содержание веществ. В каждой порции должна быть померяна вязкость. Полученные результаты занести в таблицу 6.

Таблица 6 – Результаты изучения законов фазового равновесия при разделении

Номер порции	Масса порции, г	Высота нахождения порции в воронке относительно запорного крана, мм	Сухой остаток, %	вязкость	анализ	
					Результат анализа	Значение концентрации

4. Построить зависимость сухого остатка, вязкости и содержания от высоты расположения порции над условно принятым за ноль уровнем (месторасположение запорного крана воронки). Объяснить характер полученных кривых.

5. Рассчитать соответствующие градиенты (сухого остатка, вязкости, концентрации) и представить их в виде соответствующих функций

6. Составить материальный баланс выполненного процесса, операционную и на ее основе технологическую схему процесса и внести в отчет.

Лабораторная работа №8

Формирование защитного покрытия в процессе его сушки

Цель работы: познакомиться брутто-закономерностями воздушной сушки покрытий, а также с техникой проведения эксперимента.

Воздушная сушка покрытий – это сложный массообменный химический процесс, подразумевающий параллельное протекание стадий удаления растворителя из пленки покрытия и окислительной полимеризации пленкообразующего под действием молекулярного кислорода в условиях нарастания вязкости с постепенным переходом в желеобразное, и далее в твердое состояние, затуханием окислительной полимеризации как основного химического процесса формирования покрытия и переход системы в целом в режим окислительного старения во времени.

Принципиальная схема для изучения непрерывного изменения веса подложки с пленкой формируемого покрытия представлена на рисунке 3.

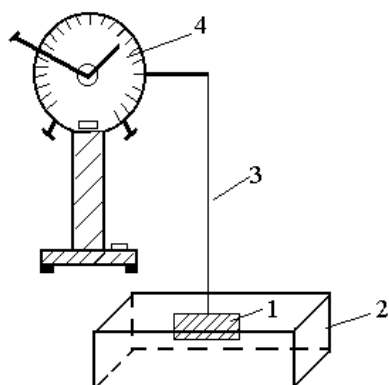


Рисунок 3 – Принципиальная схема установки для изучения кинетики изменения массы пленки покрытия в процессе его воздушной сушки:

1 – подложка с пленкой покрытия; 2 – камера; 3 - подвеска, 4 –торсионные весы

Основным элементом является камера 2, в которую помещена подложка с пленкой покрытия 1, связанная подвеской 3 с торсионными весами 4. Особенность конструкции камеры 2 в том, что она снабжена открывающимися стеклянными окнами, позволяющими

сохнуть пленке в условиях естественной конвекции воздуха в помещении.

Порядок выполнения работы

1. Получить у преподавателя задание и эксперимент, в частности, какая композиция должна быть нанесена в виде пленки (пленкообразующее, олифа, лак, краска, эмаль, сиккатив и т.д.), каким образом должно быть проведено нанесение, в каких условиях должна проводиться воздушная сушка и какие этапы должны быть изучены более тщательно.

2. Нанести на первую взвешенную подложку пленку покрытия таким образом, чтобы по ее краям осталось не смоченное поле толщиной 3-5 мм и сразу же взвесить на аналитических весах. Отметить время нанесения, и сразу после взвешивания положить эту подложку в горизонтальное положение для естественного удаления растворителя из пленки.

3. Таким же образом поступить со 2-й, 3-й и т.д. подложками, число которых указывается в задании на эксперимент.

4. Полученные данные занести в таблицу 7.

Таблица 7 – Результаты изучения кинетики изменения массы пленки покрытия в процессе его воздушной сушки

№ подложки с пленкой	Время нанесения пленки (по часам)	Масса пленки по результатам взвешивания, г							
		τ_0 , мин		τ_1 , мин		...		τ_i , мин	
		m_{Σ}	$m_{пл}$	m_{Σ}	$m_{пл}$	m_{Σ}	$m_{пл}$	m_{Σ}	$m_{пл}$

5. Через определенное время производится взвешивание пленки с подложкой и определение массы пленки

$$m_{пл} = m_{\Sigma} - m_{под}$$

Если текучесть пленки отсутствует, то дальнейшая сушка пленки проводится в вертикальном положении. Более частое определение массы можно провести с помощью торсионных весов. Результаты занести в таблицу 8.

6. На основе данных построить кинетические кривые $m = f(\tau)$.

7. Найти кинетические уравнения, которым соответствует убыль растворителя за счет испарения (начальный период) и прирост массы за счет поглощения кислорода воздуха (стационарный период).

4. Периодически через каждые 2-3 часа стакан с фильтратом взвешивать, определять потери массы и фиксировать, что происходит в системе (помутнение, выпадение твердой фазы, изменение цвета и т.д.). Взять пробы на анализ (сухой остаток, содержание кислоты и т.д.) и выполнить его. Результаты занести в таблицу 10.

Таблица 10 – Результаты изучения испарения

№	Фильтрат	условия	Кинетика испарения				анализ		
			Время, час	масса ₀ , г	масса ₁ , г	Δ, г	рН	СО, %	изменения

Если опыт нельзя продолжить, тщательно закрыть крышкой (!!!!) и продолжить в другой раз. Испарение проводить до полного удаления жидкой фазы.

5. В случае выпадения твердой фазы, фиксировать ее массу, записывая время и массу (после высыхания).

6. Условия испарения:

- со спокойного зеркала поверхности;
- при перемешивании магнитной мешалкой без подогрева;
- магнитная мешалка с подогревом и поддержанием температуры на определенном уровне;
- с подогревом на определенном уровне и затем охлаждением при работающей магнитной мешалке.

Внимание! 1) Содержащие летучие кислоты фильтраты обрабатывать только под тягой, контролируя унос кислоты не только по анализу, но и смоченной водой индикаторной бумажки;

2) на ночь и несколько дней реактор открытым не оставлять во избежание неконтролируемого испарения с проскоком ожидаемых потерь массы вплоть до полного испарения растворителя;

3) под тягой место работы не должно сильно «путешествовать». В противном случае скорости потери растворителя будут заметно колебаться, что придется учитывать при обработке.

4) форсировать ускоренное уменьшение массы реакционной смеси в реакторе не целесообразно, а во многих случаях и просто вредно, поскольку усложняется обработка полученных данных.

7. Построить зависимость «Сухой остаток=f(τ)» в разных условиях испарения (вне и под тягой).

8. Оценить динамику изменения рН по мере уменьшения объема реакционной смеси за счет растворителя и, динамику кристаллизации сопутствующих компонентов реакционной смеси (добавок и продуктов их превращения, например, основных солей аммония, переходных металлов и т.д.);

9. Оценить зависимость скорости уноса растворителя от величины и состава сухого остатка

Библиографический список

1. Новый справочник химика и технолога. [Текст] в 2 томах. Том I. Химическое равновесие. Свойства растворов. СПб.: Профессионал. 2004. 998 с

2. Павлов К. Ф., Романков П. Г., Носков А. А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. – Л.: Химия, 1987.-576 с.

3. Флореа О., Смигельский О. расчеты по процессам и аппаратам химической технологии. – М.: Химия, 1971.-448 с.

4. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологии: Учебник для вузов. Часть 2. Массообменные процессы и аппараты. – М.: Химия, 1995.-368 с.

Вопросы для подготовки

1. Классификация процессов массопередачи со свободной границей раздела фаз.

2. Способы выражения состава фаз.

3. Схемы материального баланса массообменного процесса со свободной границей раздела фаз.

4. Сформулируйте первый закон Фика. От чего зависят коэффициенты молекулярной диффузии, его физический смысл?

5. В чем состоят различия в переносе вещества конвекцией и массообменом?

6. Раскройте физический смысл коэффициента массотдачи.

7. Охарактеризуйте основные модели массопереноса (пленочная, диффузионного пограничного слоя, обновления поверхности фазового контакта).

8. Охарактеризуйте подобие массообменных процессов. Раскройте физический смысл критериев подобия массообменных процессов.

9. Сформулируйте понятие движущей силы массообменных процессов.
10. Запишите уравнение массопередачи. Покажите связь и различие коэффициентов массопередачи и массообдачи.
- 11 Понятие лимитирующей стадии процесса массопередачи
- 12 Определение высоты массообменного аппарата с помощью уравнения массопередачи.
- 13 Физический смысл объемного коэффициента массопередачи. Его использование для определения высоты массообменного аппарата.
- 14 Определение высоты массообменного аппарата с помощью числа и высоты единиц переноса.
- 15 Определение высоты массообменного аппарата с помощью теоретической ступени изменения концентрации.
- 16 Сформулируйте принципы процессов абсорбции и десорбции. Для решения каких практических задач применяются эти процессы?
- 17 Закон Генри и закон фазового равновесия при абсорбции
- 18 Как составляется материальный баланс абсорбции. Раскройте понятие рабочей линии процессов абсорбции и десорбции.
- 19 Абсорбция как массообменный процесс.
20. Сущность абсорбции и ее возможности в химической практике.
21. Использование абсорбции при решении практических задач.
- 422 Минимальные и оптимальные удельные расходы абсорбента. Как влияет изменение удельного расхода абсорбента на расход абсорбента и объем абсорбера.
- 23 . Наиболее распространенные формы записи закона фазового равновесия при абсорбции.
- 24 Материальный баланс абсорбера.
- 25 Тепловой баланс абсорбера.
- 26 Влияние температуры на процесс абсорбции.
- 27 Методы поддержания изотермического режима при абсорбции.
- 28 Кинетические уравнения процесса абсорбции.
- 29 Особенности кинетики процессов абсорбции и хемосорбции
- 30 Основные требования к абсорбционным аппаратам. Классификация аппаратов.
- 31 Принцип действия пленочных абсорберов.
- 32 Характеристики работы противоточных и прямоточных пленочных абсорберов.

- 33 Принцип действия насадочных колонн. Почему насадку на высоте аппарата обычно располагают секциями? Охарактеризуйте методы улучшения смачивания насадки.
- 34 Особенности гидродинамических режимов работы насадочных колонн. Почему большинство насадочных абсорберов работают в пленочном режиме.
- 35 Сопоставьте поверхность насадки со смоченной и активной поверхностями.
- 36 Сопоставьте противоточные и прямоточные схемы работы насадочных абсорберов.
- 37 Особенности гидродинамических режимов работы тарельчатых абсорберов. Какой режим является оптимальным для проведения абсорбции?
38. Чем объясняется гидродинамическая неравномерность по длине тарелок с переточными устройствами
- 39 Сравнительная характеристика распыливающих абсорберов.
- 40 Основные показатели при выборе конструкции абсорбера для проведения конкретного процесса абсорбции.
41. Порядок расчета абсорберов.
- 42 Прямоточная схема абсорбции
- 43 Противоточная схема абсорбции
- 44 Сравнительная характеристика противоточной и прямоточной схем.
- 45 Схема многоступенчатой абсорбции
- 46 Абсорберы. Классификация.
- 47 Устройство и принцип действия абсорберов.
- 48 Вклад внешней диффузии в общий массоперенос в системах с твердой фазой. Запишите уравнение массоотдачи для массопереноса между жидкостью (газом) и твердой средой.
- 49 Массоперенос в твердой пористой фазе. Классификация пор по размерам. Определение коэффициента извилистости пор.
- 50 Уравнение диффузии в порах. Условия образования конвективной диффузии в порах.
- 51 Как определяются потоки свободной и кнудсеновской диффузии?
- 52 Запишите уравнение массопередачи для систем с участием твердой фазы. Как выражается коэффициент массопередачи для таких систем?

- 53 Коэффициент массопередачи в зависимости от способа выражения движущей силы.
- 54 Нанесение рабочих линий на X-Y диаграмму и графическое определение движущей силы процесса.
- 55 Средняя движущая сила в конкретном абсорбере и заданными направлениями движения материальных потоков.
- 56 Назовите наиболее рациональные области применения адсорбции.
- 57 Сущность статической и динамической активности адсорбентов.
- 58 Адсорбционный потенциал
- 59 Равновесие при адсорбции. Принцип построения изотерм адсорбции.
- 60 Материальный баланс адсорбции.
- 61 Особенности кинетики процесса равновесной адсорбции.
- 62 Устройство и принцип действия адсорберов с неподвижным слоем адсорбента
- 63 Устройство и принцип действия адсорберов с псевдосжиженным и плотным движущимися слоями адсорбента.
- 64 Принцип расчет и стадии расчета адсорберов
- 65 Что такое воздушная сушка покрытий?
- 66 Перечислить основные стадии процесса сушки и провести классификацию с точки зрения основных процессов химической технологии.
67. Как меняются природа и соотношение конкурентных способностей промежуточных стадий воздушной сушки покрытий.
- 68 Как сочетаются термоокислительная кислородная полимеризации и окислительное старении в воздушной сушке покрытий и их дальнейшей эксплуатации?
- 69 Какова роль солей переходных металлов в воздушной сушке покрытий?
- 70 Какова роль твердой фазы в воздушной сушке покрытий?
- 71 Специфика воздушной сушки в зависимости от природы пленкообразующего.
- 72 Сушка как десорбция влаги из материала.
- 73 Свободная и связанная влага.
- 74 Химически связанная вода
- 75 Характеристика окружающего воздуха.
- 76 Абсолютная и относительная влажность.

- 77 Влагосодержание.
78. Температура сухого и мокрого термометра.
- 79 Точка росы.
- 80 Десорбция и адсорбция влаги.
- 81 Равновесная влажность материала и ее зависимость от относительной влажности воздуха.
- 82 Изотермы адсорбции и десорбции влаги.
- 83 Кривая фазового равновесия для сушки: области удаления свободной и связанной влаги и увлажнения материала.
- 84 Необходимые условия для протекания сушки.
- 85 Различие между абсолютной и относительной влажностью воздуха. Понятие о влагосодержании и энтальпии влажного воздуха.
86. Основные виды связи влаги с материалом
- 87 Принципы построения диаграммы состояния влажного воздуха. Как определяются параметры влажного воздуха с помощью этой диаграммы?
- 88 Особенности материального баланса конвективной сушки
- 89 Как определяется расход воздуха (общий и удельный) на сушку?
- 90 Скорость сушки. Основные уравнения, которым следует скорость сушки.
- 91 Основные способы сушки.
- 92 Контактная сушка.
- 93 Конвективная сушка.
- 94 Материальные балансы контактной и конвективной сушки.
- 95 Специальные виды сушки.
- 96 Тепловые балансы контактных сушилок периодического действия
- 97 Тепловые балансы конвективных сушилок периодического действия.
- 98 Тепловые балансы контактных сушилок непрерывного действия.
- 99 Кинетические закономерности конвективной сушки.
- 100 Первый и второй периоды периодического варианта и их характеристика.
- 101 Устройство и принцип действия контактных сушилок.
- 102 Преимущества и недостатки контактных сушилок.
- 103 Устройство и принцип действия наиболее распространенных конвективных сушилок.
- 104 Преимущества и недостатки конвективных сушилок.

- 105 Специфические особенности сушки как массообменного процесса.
- 106 Способы выражения движущей силы процесса сушки
- 107 На чем основано определение коэффициентов массоотдачи для условий внешней и внутренней диффузии?
- 108 Как определяются области, лимитирующие общий процесс массопереноса при сушке?
- 109 На чем основано определение поверхности тепло-и массообмена для первого и второго периода сушки?
- 110 Методы интенсификации процессов сушки
- 111 Что понимается под перегонкой жидкостей. Виды простых перегонок.
- 112 Принцип составления материального баланса при перегонке.
- 113 Что такое азеотропные смеси.
- 114 В чем сущность азеотропной отгонки?
- 115 В чем сущность азеотропной ректификации?
- 116 Нарисуйте X-Y диаграмму для азеотропной смеси и объясните ее смысл.
- 117 Сущность молекулярной дистилляции. В каких случаях целесообразно ее применение?
- 118 Принцип ректификации.
- 119 Какие аппараты применяют для проведения процессов ректификации? В чем их отличие от абсорберов?
- 120 Материальный баланс при ректификации
- 121 Как определяется минимальное и рабочее флегмовое число? Как влияет флегмовое число на высоту ректификационной колонны?
- 122 Принцип построения кривой равновесия и рабочей линии. Как с помощью такой диаграммы определить высоту ректификационной колонны?
- 123 Тепловой баланс ректификационной колонны. Как определяется расход греющего пара для проведения ректификации? Какие способы экономии расхода теплоты возможны в ректификационной колонне?
- 124 Оптимальное флегмовое число.
- 125 Определение высоты и диаметра ректификационной колонны.
- 126 Особенности расчета многокомпонентной ректификации
- 127 Области использования азеотропных смесей в промышленности и лабораторной практике.

- 128 Эмульсии и их характеристики.
- 129 Особенности составления материальных балансов жидкостной экстракции при взаимной нерастворимости и при частичной взаимной растворимости. Рабочие линии этих процессов.
- 130 Основы кинетики процесса жидкостной экстракции, лимитирующие стадии процесса
- 131 Принципы интенсификации жидкостной экстракции
- 132 Способы проведения экстракции
- 133 Выбор скорости сплошной фазы при расчете диаметра колонных экстракторов.
- 134 Изобразите процесс непрерывной противоточной экстракции на треугольной и прямоугольной диаграммах
- 135 Расчет высоты колонных экстракторов
- 136 Особенности экстракционных установок с регенерацией экстракта.
- 137 Что понимается под процессами растворения и экстрагирования в системе твердое тело- жидкость?
- 138 Уравнение материального баланса для непрерывного и периодического процесса растворения.
- 139 Уравнение кинетики растворения. Определение параметров, входящих в уравнение.
- 140 Основные закономерности растворения твердой фазы в жидкости как массообменного процесса
141. Время полного растворения и его определение в замкнутом аппарате при прямотоке и противотоке.
- 142 Уравнение материального баланса экстрагирования растворенного вещества при прямотоке и противотоке.
- 143 Определение длины экстракционного аппарата для обеспечения заданной концентрации экстрагируемого вещества в твердом теле.
- 144 Распределение концентраций в твердом теле при экстрагировании вещества из этого тела.
- 145 Определение полного экстрагирования твердого вещества.
- 146 Способы экстрагирования и растворения.
- 147 Устройство и принцип действия аппаратов для экстрагирования и растворения.
- 148 Кристаллизация. Достоинства и недостатки.
- 149 Изотермический и изгидрический методы кристаллизации. В каких случаях целесообразно применение этих методов?

- 150 Материальный и тепловой балансы кристаллизации
- 151 Анализ диаграммы газ-жидкость-твердое тело.
- 152 Особенности кинетики кристаллизации. Уравнение массопередачи и массотдачи для кристаллизации.
153. Опишите процессы разделения растворов частичной кристаллизацией.
- 154 Почему обезвоживание системы путем азеотропной отгонки воды более эффективно, чем простая перегонка?
- 155 Зачем для удаления кристаллизационной воды требуется плавление твердых солей?
- 156 В чем сущность методов удаления растворенной и сорбированной твердой фазой воды
- 157 В чем сущность методов удаления кристаллизационной воды?
- 158 Методы обезвоживания.
- 159 В чем сущность и различие в удалении свободной, сорбированной твердой фазы и кристаллизационной воды?
- 160 Как определяют число ступеней разделения при разделении растворов методом фракционной кристаллизации?
- 161 Определение ступеней изменения концентрации при разделении растворов противоточной многоступенчатой кристаллизацией