

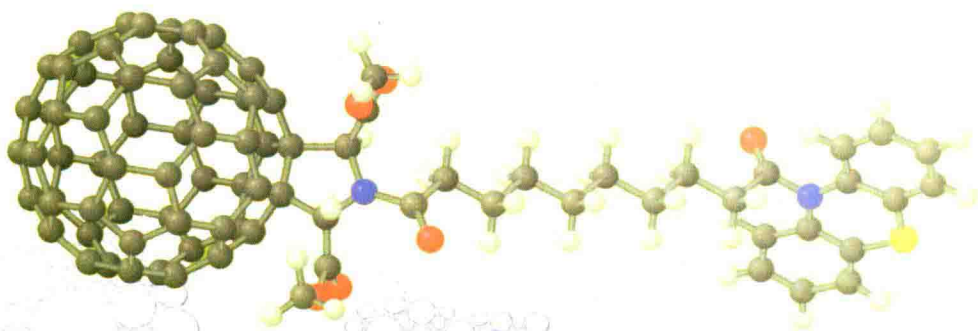
高等院校化学实验教学改革规划教材

化工原理实验

第二版 · 立体化教材

总主编 孙尔康 张剑荣

主 编 程振平 赵宜江



南京大学出版社

高等院校化学实验教学改革规划教材

化工原理实验

第二版 立体化 教材

总主编 孙尔康 张剑荣

主 编 程振平 赵宜江

副主编 钱运华 施卫忠 刘晟波
(按姓氏笔画排序)
编 委 章丽华 王文丰 朱 媛
藏 书 章 刘 飞 李彦兴 李万鑫 李梅生
李健秀 李娜君 杨冬亚 陆新华
沈玉堂 张正彪 林 军 周守勇
周 伟 胡 涛 夏雪伟 褚效中
程 茹

图书在版编目(CIP)数据

化工原理实验 / 程振平, 赵宜江主编. —2 版.—
南京: 南京大学出版社, 2017.6
ISBN 978-7-305-18588-5

I. ①化… II. ①程… ②赵… III. ①化工原理—实
验—高等学校—教材 IV. ①TQ02-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 099693 号

出版发行 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮 编 210093
出 版 人 金鑫荣
丛 书 名 高等院校化学实验教学改革规划教材
书 名 化工原理实验(第二版)
总 主 编 孙尔康 张剑荣
主 编 程振平 赵宜江
责任编辑 刘 飞 蔡文彬 编辑热线 025-83686531

照 排 南京紫藤制版印务中心
印 刷 南京玉河印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 12 字数 292 千
版 次 2017 年 6 月第 2 版 2017 年 6 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-18588-5
定 价 29.00 元

网址: <http://www.njupco.com>
官方微博: <http://weibo.com/njupco>
官方微信号: njupress
销售咨询热线: (025)83594756

* 版权所有, 侵权必究
* 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购
图书销售部门联系调换

编委会

总主编 孙尔康(南京大学)

张剑荣(南京大学)

副总主编 (按姓氏笔画排序)

朱秀林(苏州大学)

朱红军(南京工业大学)

孙岳明(东南大学)

刘勇健(苏州科技大学)

何建平(南京航空航天大学)

金叶玲(淮阴工学院)

周亚红(江苏警官学院)

柳闽生(南京晓庄学院)

倪良(江苏大学)

徐继明(淮阴师范学院)

徐建强(南京信息工程大学)

袁荣鑫(常熟理工学院)

曹健(盐城师范学院)

编委 (按姓氏笔画排序)

马全红

卞国庆

王玲

王松君

王秀玲

白同春

史达清

汤莉莉

庄虹

李巧云

李健秀

何婷婷

陈国松

陈昌云

沈彬

杨冬亚

邱凤仙

张强华

张文莉

吴莹

郎建平

周建峰

周少红

赵宜江

赵登山

陶建清

郭玲香

钱运华

黄志斌

彭秉成

程振平

程晓春

路建美

鲜华

薛蒙伟

序

化学是一门实验性很强的科学,在高等学校化学专业和应用化学专业的教学中,实验教学占有十分重要的地位。就学时而言,教育部化学专业指导委员会提出的参考学时数为每门实验课的学时与相对应的理论课学时之比,即为(1.1~1.2):1,并要求化学实验课独立设课。已故著名化学教育家戴安邦教授生前曾指出:“全面的化学教育要求化学教学不仅传授化学知识和技术,更训练科学方法和思维,还培养科学品德和精神。”化学实验室是实施全面化学教育最有效的场所,因为化学实验教学不仅可以培养学生的动手能力,而且也是培养学生严谨的科学态度、严密科学的逻辑思维方法和实事求是的优良品德的最有效形式;同时也是培养学生创新意识、创新精神和创新能力的重要环节。

为推动高等学校加强学生实践能力和创新能力的培养,加快实验教学改革和实验室建设,促进优质资源整合和共享,提升办学水平和教育质量,教育部已于2005年在高等学校实验教学中心建设的基础上启动建设一批国家实验教学示范中心。通过建设实验教学示范中心,达到的建设目标是:树立以学生为本,知识、能力、素质全面协调发展的教育理念和以能力培养为核心的实验教学观念,建立有利于培养学生实践能力和创新能力的实验教学体系,建设满足现代实验教学需要的高素质实验教学队伍,建设仪器设备先进、资源共享、开放服务的实验教学环境,建立现代化的高效运行的管理机制,全面提高实验教学水平。为全国高等学校实验教学改革提供示范经验,带动高等学校实验室的建设和发展。

在国家级实验教学示范中心建设的带动下,江苏省于2006年成立了“江苏省高等院校化学实验教学示范中心主任联席会”,成员单位达三十多个高校,并在2006~2008年三年时间内,召开了三次示范中心建设研讨会。通过这三次会议的交流,大家一致认为要提高江苏省高校的实验教学质量,关键之一是要有一个符合江苏省高校特点的实验教学体系以及与之相适应的一套先进的教材。在南京大学出版社的大力支持下,在第三次江苏省高等院校化学实验教学示范中心主任联席会上,经过充分酝酿和协商,决定由南京大学牵头,成立江苏省高

等院校化学实验教学改革系列教材编委会,组织东南大学、南京航空航天大学、苏州大学、南京工业大学、江苏大学、南京信息工程大学、南京师范大学、盐城师范学院、淮阴师范学院、淮阴工学院、苏州科技学院、常熟理工学院、江苏警官学院、南京晓庄学院等十五所高校实验教学的一线教师,编写《无机化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《无机及分析化学实验》、《普通化学实验》、《化工原理实验》和至少跨两门二级学科(或一级学科)实验内容或实验方法的《综合化学实验》系列教材。

该套教材在教学体系和各门课程内容结构上按照“基础—综合—研究”三层次进行建设。体现出夯实基础、加强综合、引入研究和经典实验与学科前沿实验内容相结合、常规实验技术与现代实验技术相结合等编写特点。在实验内容选择上,尽量反映贴近生活、贴近社会,与健康、环境密切相关,能够激发学生学习兴趣,并且具有恰当的难易梯度供选取;在实验内容的安排上符合本科生的认知规律,由浅入深、由简单到综合,每门实验教材均有本门实验内容或实验方法的小综合,并且在实验的最后增加了该实验的背景知识讨论和相关延展实验,让学有余力的学生可以充分发挥其潜力和兴趣,在课后进行学习或研究;在教学方法上,希望以启发式、互动式为主,实现以学生为主体,教师为主导的转变,加强学生的个性化培养;在实验设计上,力争做到使用无毒或少毒的药品或试剂,体现绿色化学的教学理念。这套化学实验系列教材充分体现了各参编学校近年来化学实验改革的成果,同时也是江苏省省级化学示范中心创建的成果。

本套化学实验系列教材的编写和出版是我们工作的一项尝试,在教材中难免会出现一些疏漏或者错误,敬请读者和专家提出批评意见,以便我们今后修改和订正。

编委会

第二版前言

本书是化工原理实验教学长期改革的产物。书中突出满足 21 世纪化工科技发展对化工类高级人才的要求,尤其是创造能力的要求,强调实验教学所具有的实践性和工程性;力求通过实验培养学生掌握综合应用理论知识解决实际问题 and 正确表达实验结果的方法;开拓学生的实验思路,掌握新的实验技术和方法,增强学生的创新意识。

全书共分七章,由苏州大学、淮阴师范学院、盐城师范学院、淮阴工学院、苏州科技大学、江苏大学、南京师范大学和南京晓庄学院联合编写。在编写过程中,结合了这八所江苏省内高校多年教学实践经验,并广泛吸取国内外实验教材中的优点编写而成的。教材涉及的内容较广泛,分化工原理实验基础知识、实验误差分析与实验数据处理、化工基本物理量的测量、演示实验、基础实验、拓展实验以及化工原理实验仿真等。编写过程中力求兼顾经过多年发展所形成的多种实验装置,始终贯彻理论联系实际,注重实践环节,符合学生的认识规律及便于自学的原则。参与本书编写的人员有苏州大学程振平、夏雪伟;淮阴师范学院赵宜江、褚效中、周守勇、李梅生;淮阴工学院钱运华、李彦兴、周伟;盐城师范学院李万鑫、施卫忠;苏州科技大学刘晟波;晓庄学院朱媛;江苏大学杨冬亚;南京师范大学林军等。全书由苏州大学程振平和淮阴师范学院赵宜江统稿,南京工业大学谷和平老师审稿。

本书的内容适合于本科化工类专业、化学类专业、化学师范专业、应用化学专业以及材料类专业的化工原理实验、化工基础实验和化工专业实验教材。

本书的出版是一批为化工原理实验辛勤工作的老师们集体智慧的结晶,谨向他们表示最崇高的敬意和最衷心的感谢。但由于编者水平有限,加之本书很多内容是编者的经验和见解,不妥甚至错误之处,衷心地希望读者给予指教,帮助本书日臻完善。

编 者

2017 年 4 月

目 录

第 1 章 概述	1
§ 1.1 化工原理实验的教学目的和要求	1
§ 1.2 化工原理实验操作的基本知识	3
§ 1.3 实验室安全用水、电、气	11
§ 1.4 实验规划与设计	15
§ 1.5 化工原理实验守则	18
第 2 章 实验误差分析与实验数据处理	21
§ 2.1 实验误差分析	21
§ 2.2 实验数据处理	29
§ 2.3 实验数据的计算机处理	35
第 3 章 化工基本物理量的测量与控制	46
§ 3.1 压力(差)的测量	46
§ 3.2 流量与流速的测量	51
§ 3.3 温度的测量	56
§ 3.4 压力、流量、温度、液位等基本物理量的控制	60
第 4 章 演示实验	63
§ 4.1 雷诺实验	63
§ 4.2 流体流量测定与流量计校验	64
§ 4.3 伯努利方程实验	70
§ 4.4 旋风分离实验	71
第 5 章 基础实验	75
§ 5.1 流体流动阻力的测定	75
§ 5.2 离心泵性能特性曲线测定实验	80
§ 5.3 恒压过滤常数的测定	85
§ 5.4 换热器的操作和总传热系数的测定	91
§ 5.5 对流给热系数的测定	96

§ 5.6	精馏塔的操作和全塔效率的测定实验	102
§ 5.7	吸收塔的操作和吸收传质系数的测定实验	109
§ 5.8	干燥速率曲线的测定	120
§ 5.9	液液萃取的操作实验	125
第 6 章 拓展实验		129
§ 6.1	膜分离实验	129
§ 6.2	超临界 CO ₂ 萃取实验	135
§ 6.3	萃取精馏实验	138
§ 6.4	催化反应精馏法制甲缩醛	140
§ 6.5	反应精馏法制乙酸乙酯	146
§ 6.6	多釜串联模型测定停留时间分布	151
§ 6.7	管式循环反应器停留时间测定	155
第 7 章 化工原理实验仿真		161
§ 7.1	化工原理实验仿真的内容	161
§ 7.2	化工原理实验仿真设计平台	161
§ 7.3	化工原理实验仿真的优点	162
§ 7.4	化工原理实验仿真的开展方式	162
§ 7.5	国内化工原理实验仿真系统的研究	163
§ 7.6	化工原理实验仿真部分	163
§ 7.7	化工原理实验仿真示例	173

第1章 概述



化工原理实验是用自然科学的基本原理和工程实验方法来解决化工和相关领域的实际问题,属于工程类实验范畴。工程实验以实际工程问题为研究对象,对于化学工程问题,由于被加工的物料千变万化,设备大小和形状相差悬殊,涉及的变量繁多,实验研究的工作量大而又难是可想而知的。因此,面对实际的工程问题,要求人们采用不同于基础学科的实验研究方法,即处理实际问题的工程实验方法。化工原理实验就是一门以处理工程问题的方法论指导人们去研究和处理实际化工过程问题的实验课程。

化工原理课程的教学在于指导学生掌握各种化工单元操作的工程知识和计算方法,但仅有这些是远远不够的。由于化工过程问题的复杂性,许多工程因素的影响仅从理论上是难以解释清楚的,即便从理论上做出定性的分析,也难于给出定量的描述,特别是有些重要的设计或操作参数,根本无法从理论上计算,必须通过必要的实验加以确定或获取。在化工原理实验中,每个实验项目就是化工生产中的一个单元操作,每一个化工产品的生产就是由多个这样的单元操作通过一定的组合方式实现的。所以通过化工原理实验既能使学生建立一定的工程概念;同时又可以使学生得到工程实验测试方法、研究方法和处理方法等方面的锻炼,对于初步接触化工单元操作的学生来说,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,化工原理实验是化工原理课程教学的一个重要的环节,在化工原理教学过程中占有不可替代的重要地位。

§ 1.1 化工原理实验的教学目的和要求

一、教学目的

化工原理实验操作是化工原理教学过程中的一个重要组成部分,结合其自身的特点和体系,通过化工原理实验应达到如下教学目的。

(1) 根据化工原理实验目的,能分析实验测定原理,设计实验流程图,选择实验装置,编写实验的具体步骤。

(2) 结合已有的实验装置,对化工设备、化工管路的构成建立一个初步的认识,通过实验操作,培养学生的动手能力,掌握化工单元设备的操作技术。

(3) 通过实验,培养学生对实验现象敏锐的观察能力、正确获取实验数据的能力,根据实验数据和实验现象,能用所学的知识归纳、分析实验结果,培养学生从事科学研究的初步能力。

(4) 掌握化工原理实验的原理、方法和技巧,获得化工实验技能的基本训练。

(5) 培养学生运用所学知识,分析和解决实际问题的能力。在理论与实践相结合的过

程中,巩固并加深对课堂化工原理理论教学内容的认识。

(6) 学会实验报告的书写方法,培养书写工程文件的能力。

综上所述,化工原理实验教学是化工专业教学过程中一个非常重要的环节,其目的是注重对学生工程实践能力的全面培养。

二、教学要求

1. 实验前的准备工作

(1) 充分准备,做好课前预习。

课前预习的一般要求:认真阅读化工原理实验指导书,了解实验内容,明确所做实验的目的、任务和要求;掌握实验依据的原理、基本理论知识;根据实验流程图,构思实验装置,熟悉实际实验装置(或流程);提出具体的实验操作步骤;思考实验应得到的结论,学习实验注意事项。

(2) 熟悉实验设备、流程,了解操作方法和测控点。

全面了解实际的实验装置及所用的设备,熟悉实验流程及管件等,根据实验操作步骤,熟悉操作,了解数据测控点。

2. 实验操作、观察与记录

(1) 严格操作,循序进行。

进行化工原理实验时,首先要仔细检查实验装置及仪器、仪表是否完整(尤其是电路的接线及传动部件,以确保安全)。准备完毕,经指导教师允许后,方可进行操作。

实验过程要严格执行化工原理实验指导书中所列的操作步骤、具体操作方法和规定,循序进行,未经指导老师认可不得随意变更操作步骤、方法和规程。

(2) 认真观察,客观记录。

化工原理实验中要注意仔细观察所发生的实验现象,认真记录实验所测得的各项数据。

在实验前,必须学会有关测量仪表的使用方法及操作参数的调节。实验过程中,密切注意仪表指示值的变化,及时调节,使整个操作过程在规定的条件下进行,减少人为误差。

实验现象稳定后才能开始读数、记录数据。在刚改变条件时,不能急于测量记录。如流体流动实验,阀门开度刚改变时,流体流动不够稳定,这时测定的数据是不可靠的。

实验中若出现不正常的情况,如数据有明显误差时,应在备注栏中注明,说明产生不正常现象的原因,提出改进或应予避免的合理化建议。

3. 实验结果处理的要求——编写完整、规范的实验报告

实验结束后,对测取的数据、观察到的实验现象和发现的问题进行分析,得出实验结论。所有这些工作应以实验报告的形式进行综合整理。实验报告作为实验文件,也是作为化工原理实验成绩评定的重要依据。

书写实验报告时应本着实事求是的态度,不能以任何理由随意更改所测得的实验数据。尊重所测数据,寻找产生误差的原因,才是从事科学实验的正确态度。

化工原理实验报告是以实验目的、原理和装置为基础的,依据规定和合理的操作步骤,测取正确、可靠的实验数据,最终分析、讨论得到实验结论的完整文件。具体的实验报告可参照下列文件格式撰写。

(1) 实验目的:指出实验所要达到的目的。

(2) 实验原理:简述实验所依据的测定原理和所涉及的理论基础。

(3) 实验装置:画出实际的实验装置流程图,标出主要设备和监测仪表、设备的类型及规格。

(4) 实验步骤:结合实验操作过程,简述操作方法、步骤等。

(5) 实验数据处理:用表格的形式整理实测数据,依据实验原理完成数据的计算处理,计算步骤要全面清晰。进行类型相同的多组数据的处理时,可以用一组数据处理的全过程为例进行整理,其他数据的处理、计算过程如果类似,整理过程可以省略,只将计算结果列于表中。

(6) 实验结果及讨论、分析:

① 给出所做实验的结果;

② 讨论实验结果与理论值的一致性,分析产生误差的原因;

③ 回答实验指导书中关于实验的问题;

④ 针对产生误差的原因,提出合理化建议。

实验报告的重点应放在实验数据的处理和实验结果的分析讨论方面。

§ 1.2 化工原理实验操作的基本知识

化工原理实验一般以 3~4 人为一组,因此实验操作时要求实验小组的成员各司其职(包括单元操作、读取数据、安全防范等),并且在适当的时候轮换岗位,做到既有分工又相互配合地完成实验。

一、化工原理典型单元操作知识

化工原理中的设备单元操作是化工生产中共有的操作,同一单元操作用于不同的化工生产及化工科学研究实验过程,其控制原理一般是相同的。下面简要介绍化工原理实验中较为常见的离心泵、精馏塔、吸收塔、萃取塔及干燥单元操作过程中的相关基本知识。

1. 离心泵的基本操作知识

(1) 离心泵的启停

离心泵启动前要进行盘车,即用手转动泵轴,检查确认泵轴旋转灵活后方可启动泵,以防止泵转轴被卡住,造成泵电机的超负荷运转,发生电机烧毁或其他事故。要向泵体内灌满待输送的液体,使泵体内空气排净,以防止气缚现象的发生,使泵无法正常运转。启动泵时电动机的电流是正常运转的 5~7 倍,为避免烧毁电机,应使启动泵时轴功率消耗最小,因此离心泵启动前应关闭泵出口阀,使泵在最低负荷状态下启动。

离心泵启动后,应立即查看泵的出口压力表是否有压力,若无出口压力,应立即停泵,重新灌泵,排净泵体内的空气后再次启动;若有出口压力,应缓慢打开泵的出口阀调至所需要的流量。

离心泵停车时,应先缓慢关闭泵的出口阀,再停电机,以免高压液体的倒流冲击而损坏泵。

(2) 离心泵的流量调节

离心泵在正常运行中常常因需求量的改变而要改变泵的输送流量,因此需要对泵的流量进行调节,常用的调节方法如下。

① 调节泵出口阀的开度

调节泵出口阀的开度实际上是通过改变管路流体的流动阻力,从而改变流量。当调大泵出口阀的开度时,管路的局部阻力减小,流量增大;当调小泵出口阀的开度时,管路的局部阻力增大,流量减小,达到调节流量的目的。这种调节流量的方法快速简便,流量连续可调,应用广泛,其缺点是减小阀门开度时,有部分能量因克服阀门的局部阻力而额外消耗,在调节幅度较大时,使离心泵处于低效区工作,因此操作不经济。

实验时应特别注意,不能用减小泵入口阀开度的方法来调节流量,这种方法极有可能使离心泵发生气蚀现象,破坏泵的正常运行。

② 改变泵的叶轮转速

从离心泵的特性可知,转速增大流量增大,转速减小流量减小,因而改变泵的叶轮转速就可以起到调节流量的作用。这种调节方法不增加管路阻力,因此没有额外的能量消耗,经济性好。缺点是需要装配有变频(变速)装置才能改变转速,设备费用投入大,通常用于流量较高、调节幅度较大的实验。

③ 改变泵叶轮的直径

改变泵叶轮的直径可以改变泵的特性曲线,由离心泵的切割定律可知,流量与叶轮直径成正比关系。但更换叶轮很不方便,故生产上很少采用。

2. 精馏塔的操作控制知识

维持精馏塔正常稳定的操作方法是控制三个平衡,即物料平衡、气液平衡、热量平衡。该过程实际是控制塔内气、液相负荷的大小,以保证塔内良好的传热传质,获得合格产品。但塔内气、液相负荷是无法直接控制的,生产或实验过程中主要通过控制压力、温度、进料量、回流比等操作条件来实现。

(1) 精馏塔压力的控制

精馏塔压力的控制是精馏操作的基础,塔的操作压力一经确定,就应保持恒定。操作压力的改变将会使塔内气液相平衡关系发生变化。影响塔压力变化的因素很多,在操作中应根据具体情况进行控制。

在正常操作中,若进料量、塔釜温度及塔顶冷凝器的冷凝剂量都不变化,则塔压力随采出量的变化而发生变化。采出量大,塔压力下降,采出量小,塔压力升高,因此稳定采出量可使塔压力稳定。当釜温、进料量以及塔顶采出量都不变化时,塔压力却升高,可能是冷凝器的冷凝剂量不足或冷凝剂温度升高引起的,应增大冷凝剂量,有时也可加大塔顶采出量或降低釜温以保证不超压。如果塔釜温度突然升高,塔内上升蒸气量增大,导致塔压力升高,这种情况应迅速减少塔釜加热量及增大塔顶冷凝器的冷凝剂量或加大采出量,及时调节塔的温度至正常。如果是塔釜温度突然降低,则情况相反,处理方法也相反。

(2) 精馏塔温度的控制

精馏塔的温度与气、液相的组成有着对应的关系。在精馏过程中,塔的操作压力恒定时,稳定塔顶的温度至关重要,可保证塔顶馏出液产品的组成。塔顶温度主要受进料量、进料组成、操作压力、塔顶冷凝器的冷凝剂量、回流温度、塔釜温度等因素影响。因此,控制塔顶温度应根据影响因素而做出对应的调节。若塔顶温度随塔釜温度改变时,应着重调节塔

釜温度使塔顶温度恢复正常;若是因塔顶冷凝器的冷凝效果差、回流温度高而导致塔顶温度升高的,应增大塔顶冷凝器冷凝剂量以降低回流温度,从而达到控制塔顶温度的目的;若精馏段灵敏板的温度升高,塔顶产品轻组分浓度下降,此时应适当增大回流比,使其温度降至规定值,从而保证塔顶产品质量;若提馏段灵敏板的温度下降,塔底产品轻组分的浓度增大,应适当增大再沸器加热量,使塔釜温度上升至规定值。有时塔釜温度会随着塔的进料量或回流量的改变而改变,因此在改变进料量或回流量的同时应注意维持塔釜的正常温度。

(3) 精馏塔进料量的控制

在实验过程中不能随意改变进料量,进料量的改变会使塔内气、液相负荷发生变化,影响塔的物料平衡以及塔效率。进料量增大,上升气体的速度接近液泛速度时,传质效果最好,超过液泛速度将会破坏塔的正常操作。若进料量超过塔釜和冷凝器的负荷范围,将引起气液平衡组成的变化,造成塔顶、塔釜产品质量不合格。进料量减小,气速降低,对传质不利,严重时易造成漏液,分离效果不好。因此,进料量应保持稳定状态。工艺要求改变时,应缓慢调节进料阀,同时维持全塔的总物料平衡,否则当进料量大于出料量时会引起淹塔,当进料量小于出料量时会出现塔釜蒸干现象。

(4) 回流比的控制

回流量与塔顶采出量之比称为回流比,回流比是影响精馏过程分离效果的重要因素,它是控制产品质量的主要手段。在精馏过程中产品的质量和产量的要求是相互矛盾的。在塔板数和进料状态等参数一定的情况下,增大回流比可提高塔顶产品轻组分的纯度,但在再沸器负荷一定的情况下,会使塔顶产量降低。回流比过大,将会造成塔内循环量过大,甚至破坏塔的正常操作;回流比过小,塔内气液两相接触不充分,分离效果差。因此,回流比是一个既能满足生产要求,又能维持塔内正常操作的重要参数。回流比一经确定,就应保持相对稳定。

(5) 精馏塔的采出量

① 塔顶采出量

进料量一定,在冷凝器负荷不变的情况下降低塔顶产品的采出量,可使回流量及塔压差增大,塔顶产品纯度提高,但产量减少。塔顶采出量增加,造成回流量减少,因此精馏塔的操作压力降低,重组分被带到塔顶,致使塔顶产品不合格。

② 塔底采出量

正常操作中,塔底采出量应符合塔的总物料平衡公式,若采出量太小,造成塔釜液位逐渐升高,至充满整个加热釜的空间,使塔釜液体难于汽化,此时将会影响塔底产品的质量。若采出量太大,致使塔釜液位过低,则上升蒸气量减少,使板上传质条件变差,板效率下降。可见,塔底采出量应以控制塔釜内液面高度一定并维持恒定为原则。

(6) 精馏塔操作状况的判断

① 塔板上气、液接触情况

(a) 气液鼓泡接触状态:上升蒸气的流速较慢,气液接触面积不大。

(b) 泡沫接触状态:气速连续增加,气泡数量急剧增加,同时不断碰撞和破裂,板上液体大部分以膜的形式存在于气泡之间,形成一些直径较小、搅动十分剧烈的动态泡沫,是一种较好的塔板工作状态。

(c) 气液蜂窝状接触状态:气速增加,上升的气泡在液层中积累,形成以气体为主的类

似蜂窝状泡结构的气泡泡沫混合物,这种状态对传热、传质不利。

(d) 喷射接触状态: 气流连续增加, 将板上的液体破碎, 并向上喷成大小不等的液滴, 直径较大的液滴落回塔板上, 直径较小者会被气体带走形成液沫夹带。

② 塔板上的不正常现象

(a) 严重的漏液现象: 气相负荷过小, 塔内气速过低, 大量液体从塔板开孔处垂直落下, 使精馏过程中气液两相不能充分接触, 严重漏液会使塔板因不能建立起液层而无法正常工作。

(b) 严重的雾沫夹带现象: 在一定的液体流量下, 塔内气体上升速度增至某一定值时, 塔板上某些液体被上升的高速气流带至上层塔板, 这种现象称为雾沫夹带, 气速越大, 雾沫夹带越严重, 塔板上液层越厚, 严重时将会发生夹带液泛。雾沫夹带是一种与液体主流方向相反流动的返混现象, 会降低板效率, 破坏塔的正常操作。

(c) 液泛现象

夹带液泛: 塔内上升气速很大时, 液体被上升气体夹带到上一层塔板, 流量猛增, 使塔板间充满气液混合物, 最终使整个塔内都充满液体。

溢流液泛: 受降液管通过能力的限制, 导致液体不能通过降液管往下流, 而积累在塔板上, 引起溢流液泛, 破坏塔的正常操作。

3. 吸收塔的操作控制知识

吸收操作以净化气体为目的时, 主要的控制指标为吸收后的尾气浓度; 当吸收液为产品时, 主要控制指标为出塔溶液的浓度。吸收操作过程的主要控制因素有压力、温度、气流速度、吸收剂用量、吸收剂中吸收质的浓度。

(1) 压力的控制

提高吸收系统的压力, 可以增大吸收推动力, 提高吸收率。但压力过高, 会增大动力消耗, 对设备的承受强度要求高, 设备投资及生产费用加大, 因此能在常压下进行吸收操作的不用高压操作。实际操作压力主要由原料气组成及工艺要求决定。

(2) 温度的控制

吸收塔的操作温度对吸收速率影响很大, 操作温度升高, 容易造成尾气中溶质浓度升高, 吸收率下降; 降低操作温度, 可增大气体溶解度, 加快吸收速率, 提高吸收率。但若温度过低, 吸收剂黏度增大, 吸收塔内流体流动性能状况变差, 增加输送能耗, 影响吸收的正常操作。因此, 操作中应维持已选定的最佳操作温度。对于有明显热效应的吸收过程, 通常塔内或塔外设有中间冷却装置, 此时应根据具体情况控制塔的操作温度在适宜状态。

(3) 气流速度的控制

气流速度的大小直接影响吸收过程。气流速度小, 气体湍动不充分, 吸收传质系数小, 不利于吸收; 气流速度大, 使气、液膜变薄, 减少气体向液体扩散的阻力, 有利于气体的吸收, 同时也提高了单位时间内吸收塔的生产效率。但气流速度过大时, 会造成气液接触不良、雾沫夹带甚至液泛等不良现象, 不利于吸收。因此, 要选择一个最佳的气流速度, 从而保证吸收操作高效稳定的进行。

(4) 吸收剂用量的控制

吸收剂用量过小, 塔内喷淋密度较小, 填料表面不能完全湿润, 气、液两相接触不充分, 使传质面积下降, 吸收效果差, 尾气中溶质的浓度增加; 吸收剂用量过大, 塔内喷淋密度过

大,流体阻力增大,甚至会引起液泛。因此,需要控制适宜的吸收剂用量使塔内喷淋密度在最佳状态,从而保证填料表面润湿充分和良好的气、液接触面。

(5) 吸收剂中吸收质浓度的控制

对于吸收剂循环使用的吸收过程,若吸收剂中溶质浓度增加,会引起吸收推动力减小,尾气中溶质的浓度增加,严重时甚至达不到分离要求。降低吸收剂中溶质的浓度,可增大吸收推动力,在吸收剂用量足够的情况下,尾气中溶质的浓度降低。因此,入塔吸收剂的浓度增加时,要对解吸系统进行调整,以保证解吸后循环使用的吸收剂符合工艺要求。

(6) 吸收系统的拦液和液泛

吸收系统设计时已经考虑了引起液泛的主要原因,因此按正常操作一般不会发生液泛,但当操作负荷大幅度波动、溶液起泡、气体夹带的雾沫过多时,就会形成拦液甚至液泛。操作中判断液泛的方法通常是观察塔的液位,操作中溶液循环量正常而塔内液位下降、气体流量没变而塔的压差增大是可能要发生液泛的前兆。防止拦液和液泛发生的措施是严格控制工艺参数,保持系统操作平稳,尽量减轻负荷波动次数,发现问题要及时处理。

4. 萃取过程的操作控制知识

萃取实验中主要控制的参数包括总流量、温度、搅拌强度、相界面高度等。

(1) 总流量的控制

总流量即为轻、重两相流量的总和,控制总流量其实是控制萃取设备的生产能力,设备最大处理量一般在试运行已经测定,但实验过程中原料液的组成可能发生变化,因此要根据情况对两相流量作适当的调整控制。流量调整前应先调出液泛状态,确定液泛状态的总流量,然后在低于液泛状态的总流量下进行流量调整控制。

(2) 温度的控制

温度对大多数萃取体系都有影响,这些体系都是通过温度对萃取剂和原料液的物理性质(溶解度、黏度、密度、界面张力)产生影响。但温度过高,会增加萃取相的挥发损失,因此操作温度应适当控制。

(3) 搅拌强度的控制

萃取过程中随着原料液组分、操作温度的变化,特别是界面絮凝物的积累,常常会影响混合相和分散相的特性,这就需要调整搅拌强度。搅拌强度与转速和叶轮直径(脉冲频率)成正比。搅拌强度越大,两相混合越好,传质效率越高。但相的分离则与此相反,因此在研究实验中要根据不同的萃取体系,通过控制搅拌器的转速来调整适宜的搅拌强度。

(4) 相界面高度的控制

相界面的位置直接影响两相的分离和夹带,相界面的位置最好位于重相入口和轻相出口之间,相界面的高度可以通过界面调节器来控制。

(5) 液泛现象

萃取塔运行中若操作不当,会发生分散相被连续相带出塔设备外的情况,或者发生分散相液滴凝聚成一段液柱并把连续相隔断,这种现象称为液泛。刚开始发生液泛的点称为液泛点,这时分散相、连续相的流速为液泛流速。液泛是萃取塔操作时容易发生的一种不正常的操作现象。

液泛的产生不仅与两相流体的物理性质(如黏度、密度、表面张力等)有关,而且与塔的类型、内部结构有关。对一特定的萃取塔操作时,当两相流体选定后,液泛由流速(流量)或