

SPIS TREŚCI

	str.
Przedmowa	5
Oznaczenia i jednostki typowych wielkości	6
<i>Ćwiczenie 1:</i> Wyznaczanie współczynnika wnikania ciepła podczas konwekcji wymuszonej gazu w rurze	9
<i>Ćwiczenie 2:</i> Wyznaczanie strat ciepła przewodów izolowanych	19
<i>Ćwiczenie 3:</i> Badanie przepływu ciepła przez ścianę rury ożebrowanej	29
<i>Ćwiczenie 4:</i> Badania cieplne rekuperatora	39
<i>Ćwiczenie 5:</i> Ruch ciepła podczas kondensacji nasyconej pary wodnej	49
<i>Ćwiczenie 6:</i> Przepływ ciepła w zbiornikowym mieszalniku cieczy	59
<i>Ćwiczenie 7:</i> Wyznaczanie współczynnika dyfuzji w fazie gazowej	71
<i>Ćwiczenie 8:</i> Badanie współczynnika wnikania masy w wypełnionej kolumnie zraszanej	81
<i>Ćwiczenie 9:</i> Destylacja mieszanin dwuskładnikowych	91
<i>Ćwiczenie 10:</i> Destylacja azeotropowa.....	103
<i>Ćwiczenie 11:</i> Rektyfikacja okresowa mieszaniny dwuskładnikowej.....	113
<i>Ćwiczenie 12:</i> Suszenie ciał stałych	123
<i>Ćwiczenie 13:</i> Badanie procesu adsorpcji wody z powietrza	133
<i>Ćwiczenie 14:</i> Badanie zdolności permeacji gazu przez membranę porowatą	143

PRZEDMOWA

Niniejsza praca zawiera zbiór instrukcji do ćwiczeń laboratoryjnych z zakresu jednostkowych operacji ciepłno-dyfuzyjnych w inżynierii procesowej. Wraz ze skryptem pt. „Operacje mechaniczne w inżynierii procesowej - laboratorium” nr, Politechnika Opolska 2000, stanowi on pomoc dydaktyczną do realizacji zajęć laboratoryjnych w ramach różnych przedmiotów prowadzonych na dwóch kierunkach studiów: *Mechanika i Budowa Maszyn* oraz *Inżynieria Środowiska*. Specyfika tematów związanych z operacjami jednostkowymi w inżynierii procesowej, będących przedmiotem wykładów prowadzonych w ramach różnych przedmiotów dla studentów poszczególnych specjalności, przyczyniła się do takiego doboru tematyki zawartych w skrypcie ćwiczeń, ażeby mógł być on przydatny do prowadzenia zajęć laboratoryjnych z *Oczyszczania gazów, Procesów i aparatów przemysłowych* oraz *Inżynierii procesowej*. Takie podejście umożliwia prowadzącemu zajęcia pewną swobodę w dopasowaniu tematyki ćwiczeń do treści określonych wykładów, a studentom daje możliwość korzystania z tych samych skryptów w ramach różnych przedmiotów.

Każda z zawartych w obu skryptach instrukcji, składa się z kilku części, w których podano zarówno teoretyczny opis zagadnienia będącego przedmiotem ćwiczenia, jak również opis budowy i działania stanowiska badawczego. Informacje te uzupełniono o metodykę prowadzenia pomiarów oraz wymagany do zamieszczenia w sprawozdaniu z ćwiczenia zakres opracowania wyników badań. Stosunkowo rozbudowane wprowadzenie teoretyczne do kolejnych ćwiczeń, wraz z wykazem kilku pozycji literatury uzupełniającej oraz zestawem tematów kontrolnych, miało na celu wskazanie studentom na zagadnienia które powinni opanować w ramach przygotowywania się do zajęć.

Regulamin zajęć prowadzonych w laboratorium Katedry Inżynierii Procesowej, wymagania i wytyczne odnośnie do opracowywanych przez studentów sprawozdań z przebiegu poszczególnych ćwiczeń oraz warunki uzyskania zaliczenia z przedmiotu, zawarto w skrypcie dotyczącym operacji mechanicznych.

Korzystając z okazji, wyrażam serdeczne podziękowania wszystkim moim współpracownikom, którzy, udzielając cennych rad oraz służąc życzliwą pomocą, przyczynili się do opracowania niniejszego skryptu. Szczególne podziękowania należą się prof. dr hab. inż. Leonowi Troniewskiemu za jego merytoryczną ocenę treści skryptu oraz szereg cennych wskazówek, a także redaktorowi doc. dr inż. Antoniemu Guzikowi za pomoc redakcyjną w przygotowaniu pracy do druku.

Autor

OZNACZENIA I JEDNOSTKI TYPOWYCH WIELKOŚCI *)

Symbol	Wielkość	Jednostka
A	pole przekroju poprzecznego	m ²
C	koncentracja	kg/m ³ , (kmol/m ³)
D	współczynnik kinematyczny dyfuzji	m ² /s
D	średnica	m
D,W,S,R	destylat, wywar, surówka, orosienie	kmol, kmol/s
F	pole powierzchni	m ²
G	strumień masy	kg/s
H	stała Henryego	(Pa·kmol)/kmol A
H	wysokość ściany pionowej	m
K	stała równowagi międzyfazowej	-
L	długość	m
M	masa molowa	kg/kmol
N	moc	W
N	gęstość strumienia molowego	kmol/(m ² ·s)
P	współczynnik permeacji membrany	(m ³ ·s)/kg
P	ciśnienie, prężność	Pa, (mm H ₂ O)
Q	strumień ciepła	W
S	współczynnik separacji membrany	m ³ A/ m ³ B
T	temperatura	K
V	objętość, strumień objętości	m ³ , m ³ /s
W, U	stosunki masowe w gazie i w cieczy	kg A/kg B
Z	wilgotność bezwzględna	kg H ₂ O/kg m.s.
a	pojemność adsorbcyjna	kg A/ kg
d	średnica	m
g	gęstość strumienia masy	kg/(m ² ·s)
g	przyśpieszenie ziemskie	m/s ²
k	współczynnik przenikania ciepła	W/(m ² ·K)
m	masa	kg
n	liczba pól w kolumnie	szt
n	liczba obrotów	obr/min, (obr/s)
q	gęstość strumienia ciepła	W/m ²
r	ciepło parowania, skraplania	J/kg
s	grubość	m
t	temperatura	°C
w	prędkość przepływu	m/s
y, x	udziały molowe w gazie i w cieczy	-
Δ	różnica	-
Ψ	liczba powrotu w rektyfikacji	-

α	współczynnik wnikania ciepła	W/(m ² ·K)
α	lotność względna	-
β	współczynnik wnikania masy	kg/(m ² ·s)
δ	współczynnik dynamiczny dyfuzji	kg/(m·s)
η	współczynnik dynamiczny lepkości	Pa·s, (P)
η	sprawność	-
λ	współczynnik przewodzenia ciepła	W/(m·K)
τ	czas	s
υ	objętość właściwa	m ³ /kg
φ	wilgotność względna gazu	-

Indeksy:

'	wielkość wyrażona molowo
*	stan równowagi międzyfazowej
A, B,...,N	poszczególne składniki układu
Az	mieszanina azeotropowa
ch	płyn chłodzący
g, c	gaz, ciecz
g, z	płyn gorący, zimny
iz	izolacja
k	kondensat
kr	wartość krytyczna
m	wartość średnia
ms, mw	materiał suchy, materiał wilgotny
o	wielkość pozorna, liczona na pełny przekrój
obl	wartość obliczona
ot	otoczenie
p	płyn
pł	plaszcz grzejny
p, k	początek, koniec
pow	powietrze
ps, pw	powietrze suche, powietrze wilgotne
st	wartość strat
śc	ściana
w	wnętrze przewodu, aparatu
wł, wyl	wlot, wylot
z	zwierciadło, wymiar zewnętrzny
zm	wartość zmierzona

*) Głównym celem prezentowanego zestawienia jest wskazanie studentom na sposób oznaczania parametrów w opracowywanych przez nich sprawozdaniach z ćwiczeń.

Ćwiczenie 1:

WYZNACZANIE WSPÓŁCZYNNIKA WNIKANIA CIEPŁA PODCZAS KONWEKCJI WYMUSZONEJ GAZU W RURZE

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest eksperymentalne wyznaczenie współczynnika wnikania ciepła podczas burzliwej konwekcji wymuszonej gazu w rurze oraz ocena wpływu prędkości przepływu gazu na wartość tego współczynnika.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Wnikanie ciepła to proces jego przepływu pomiędzy ciałem a otaczającym go płynem, składający się z konwekcyjnego ruchu ciepła w rdzeniu płynu i przewodzenia ciepła przez warstwę przyścienną.

Konwekcyjny ruch ciepła może odbywać się podczas uwarstwionego, przejściowego i burzliwego przepływu płynu. Charakter ruchu płynu wynika z wartości liczby Reynoldsa

$$Re = \frac{w d \rho}{\eta}, \quad (1)$$

gdzie: w - średnia prędkość przepływu płynu, m/s;

d - średnica kanału, m;

ρ - gęstość płynu, kg/m³;

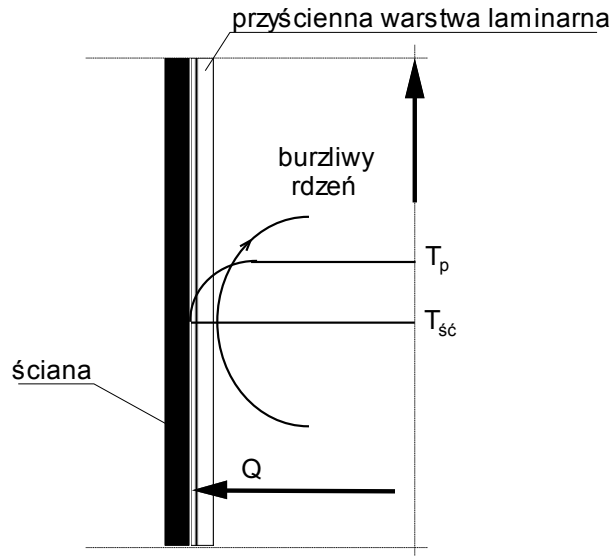
η - współczynnik dynamiczny lepkości płynu, Pa·s.

Jeżeli przepływ (konwekcja) płynu odbywa się pod wpływem czynników wymuszających (np. przy zastosowaniu wentylatora lub pompy), to tego rodzaju konwekcję określa się mianem wymuszonej. Przepływ uwarstwiony ma miejsce gdy $Re < 2100$, przepływ przejściowy występuje dla $2100 < Re < 10000$, a w pełni rozwinięty przepływ burzliwy przy $Re > 10000$.

Ruch ciepła pomiędzy warstwami płynu związany jest z ich różną temperaturą. Na rys. 1 przedstawiono rozkład temperatury wewnątrz płynu będącego w kontakcie z chłodniejszą od niego ścianą. Strumień ciepła przenoszonego na drodze wnikania od rdzenia płynu do powierzchni ściany, można w tym przypadku przestawić w postaci równania

$$Q = \alpha F \Delta T = \alpha F (T_p - T_{\acute{s}\acute{c}}) \quad (2)$$

w którym: Q - strumień ciepła, W;
 F - powierzchnia ściany, m²;
 T_p - temperatura rdzenia płynu, K;
 $T_{\acute{s}\acute{c}}$ - temperatura powierzchni ściany, K;
 α - współczynnik wnikanía ciepła, W/(m²·K).



Rys. 1. Rozkład temperatury w płynie będącym w kontakcie z chłodniejszą ścianą.

Występujący w równaniu (2) współczynnik wnikanía ciepła, określa liczbowo strumień ciepła przepływającego w jednostce czasu pomiędzy płynem a ścianą o jednostkowej powierzchni i przy jednostkowej różnicy temperatury na drodze ruchu ciepła. Wartość współczynnika wnikanía ciepła podczas konwekcji wymuszonej zależy m.in. od takich parametrów jak:

- właściwości fizyczne płynu (gęstość, lepkość, ciepło właściwe, współczynnik przewodzenia ciepła);
- prędkość ruchu płynu względem ściany (charakter przepływu płynu);
- rodzaj i stan powierzchni ściany (jej chropowatość).

Literatura, np. [1], podaje szacunkowe wartości współczynników wnikanía ciepła dla typowych przypadków występujących w praktyce. Jednak dla ścisłego określenia ich wartości, niezbędnych w obliczeniach konstrukcyjnych aparatów do przekazywania ciepła, należy wykorzystywać metody analityczne lub wręcz eksperymentalne, dotyczące danego przypadku wnikanía.

Dla konwekcji wymuszonej podczas przepływu płynu przez rurę, istnieje wiele propozycji równań opisujących proces wnikania ciepła. Równania te budowane są zwykle w postaci bezwymiarowej, z wykorzystaniem następujących bezwymiarowych liczb podobieństwa:

- liczby Reynoldsa, określonej równaniem (1),
- liczby Prandtla

$$\text{Pr} = \frac{c_p \eta}{\lambda}, \quad (3)$$

- liczby podobieństwa geometrycznego

$$\text{K}_g = \frac{L}{d}, \quad (4)$$

- liczby Nusselta

$$\text{Nu} = \frac{\alpha d}{\lambda}, \quad (5)$$

w których nieopisane dotąd wielkości to:

c_p - ciepło właściwe płynu przy jego średniej temperaturze, J/(kg·K);

λ - współczynnik przewodzenia ciepła płynu, W/(m·K);

L - długość rurociągu, m.

Zgodnie z literaturą, dla analitycznego wyznaczenia wartości współczynnika wnikania ciepła przy konwekcji wymuszonej podczas przepływu przez rurę, można wykorzystać równania:

- w zakresie przepływu laminarnego, $\text{Re} < 2100$

$$\text{Nu} = 1,86 \left(\text{Re} \text{Pr} \frac{d}{L} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{\eta}{\eta_{\text{śc}}} \right)^{0,14}; \quad \text{gdy} \quad \text{Re} \text{Pr} \frac{d}{L} > 13 \quad (6)$$

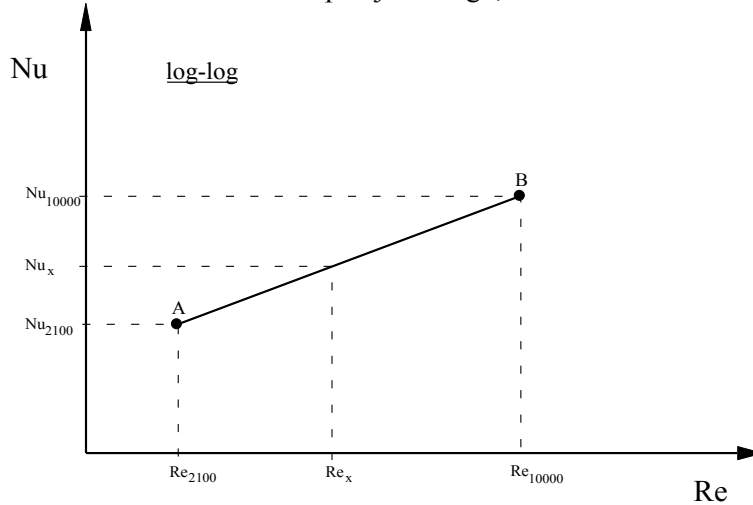
$$\text{Nu} = 0,5 \text{Re} \text{Pr} \frac{d}{L}; \quad \text{gdy} \quad \text{Re} \text{Pr} \frac{d}{L} < 13 \quad (7)$$

- w zakresie przepływu burzliwego, $\text{Re} > 10000$

$$\text{Nu} = 0,023 \text{Re}^{0,8} \text{Pr}^{0,4}, \quad (8)$$

- w zakresie przepływu przejściowego, $2100 < \text{Re} < 10000$, brak jest równań szeroko potwierdzonych eksperymentalnie. Dla wyznaczenia współczynnika wnikania ciepła, można niekiedy skorzystać z metody graficznej, rys.2. Korzystając z niej wykreśla się w podwójnie logarytmicznym układzie współrzędnych, linię prostą łączącą punkty A i B. Współrzędne punktu A otrzymuje się z zależności (6) lub (7) dla wartości $\text{Re} = 2100$ (koniec ruchu laminarnego płynu), współrzędne punktu B z równania (8) przy założeniu

$Re = 10000$ (początek ruchu burzliwego). Z wykresu można odczytać wartości Nu_x dla zakresu ruchu przejściowego, $2100 < Re_x < 10000$.



Rys. 2. Graficzny sposób wyznaczania współczynnika wnikania ciepła w zakresie przejściowego ruchu płynu

Wobec złożoności zjawisk towarzyszących wnikaniu ciepła dla konwekcji wymuszonej, niekiedy zachodzi potrzeba eksperymentalnego wyznaczenia wartości współczynnika wnikania ciepła dla interesującego przypadku orientacji przestrzennej powierzchni przez którą następuje przepływ ciepła lub warunków hydrodynamicznych panujących w strudze płynu. W praktyce wykorzystuje się dwa sposoby prowadzenia badań w tym zakresie. Pierwszy z nich polega na stosowaniu równania definicyjnego (2), przekształconego do postaci

$$\alpha = \frac{Q}{F \Delta T} \quad (9)$$

Praktyczne zastosowanie równania (9) wymaga znajomości strumienia wnikającego ciepła, wielkości powierzchni wnikania oraz temperatur rdzenia płynu i powierzchni ściany. Strumień wnikającego ciepła może być wyznaczony w oparciu o bilans cieplny płynu na wlocie i wylocie z układu pomiarowego

$$Q = G_p c_p (T_{p,wl} - T_{p,wyl}) \quad (10)$$

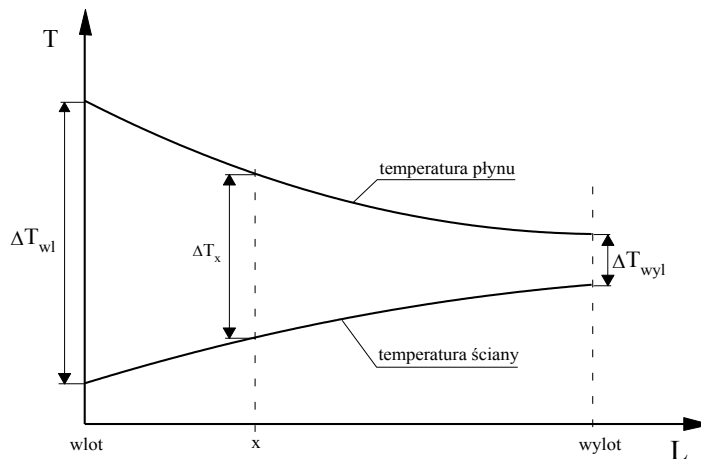
gdzie: G_p - strumień masowy płynu, kg/s;
 c_p - średnie ciepło właściwe płynu, J/(kg·K);
 $T_{p,wl}$ - temperatura wlotowa płynu, K;

$T_{p,wyl}$ - temperatura wylotowa płynu, K;

Określenie różnicy temperatury ΔT wymaga jednak znajomości temperatury powierzchni ściany, której pomiar może być w niektórych przypadkach (np. wiązka rurek w rekuperatorze) trudny do praktycznego zrealizowania. Należy również pamiętać o tym, że płyn przepływając wzdłuż ściany oddaje lub przyjmuje od niej określoną ilość ciepła, a zatem zmienia się temperatura jego rdzenia. Podobnie temperatura ściany jest zwykle wielkością zmienną na długości przepływu. Dla określenia różnicy temperatury wykorzystuje się zatem jej wartość średnią; w szczególności średnią logarytmiczną

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_{wl} - \Delta T_{wyl}}{\ln \frac{\Delta T_{wl}}{\Delta T_{wyl}}} \quad (11)$$

w której: $\Delta T_{wl,wyl}$ - różnica temperatury wg oznaczeń na rys. 3



Rys. 3. Rozkład temperatury ściany i ochładzającego się płynu na długości przepływu

Wyznaczony, na podstawie równania (9) i średniej różnicy temperatury, współczynnik wnikania ciepła nosi nazwę średniego, w odróżnieniu od współczynnika lokalnego dotyczącego danego przekroju i występującej w nim różnicy temperatury $\Delta T_x = T_{p,x} - T_{śc,x}$, (rys. 3).

Drugi sposób eksperymentalnego wyznaczania współczynnika wnikania ciepła polega na wykorzystaniu zjawiska przenikania ciepła przez przegrodę (ścianę). W przypadku przenikania można napisać równanie

$$Q = k F \Delta T \quad (12)$$

w którym: k - współczynnik przenikania ciepła, $W/(m^2 \cdot K)$;
 F - powierzchnia przenikania, m^2 ;

Rys. 4. Przenikanie ciepła w warunkach jednostronnej kondensacji pary i przy pominięciu oporu przewodzenia ciepła w przegrodzie i wnikania ciepła po stronie pary
Wyznaczenie wartości współczynnika wnikania ciepła odbywa się zatem przy wykorzystaniu zależności

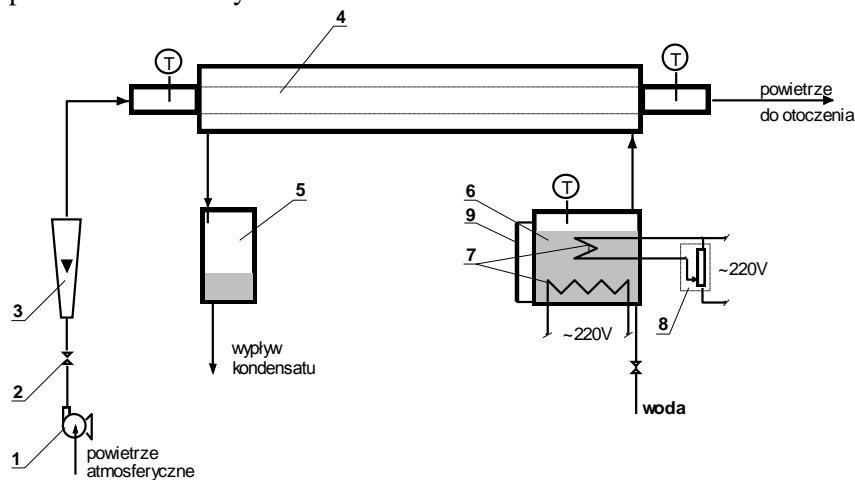
$$\alpha = \frac{Q}{F \Delta T} , \quad (16)$$

w której Q określony jest z bilansu cieplnego dla płynu (równanie (10)), a ΔT liczona jako średnia logarytmiczna z temperatury płynów po obu stronach przegrody na ich wlocie i wylocie z aparatu.

Ażeby jednak móc wykorzystać opisany powyżej sposób pomiaru α , należy wytworzyć specyficzne warunki dla przenikania ciepła. Duże wartości współczynnika wnikania ciepła po jednej ze stron przegrody można uzyskać prowadząc na niej proces kondensacji pary ($\alpha \approx 10000 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$), natomiast mały opór cieplny samej ściany uzyska się przy jej małej grubości i dużym współczynniku przewodzenia ciepła (np. dla miedzi).

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

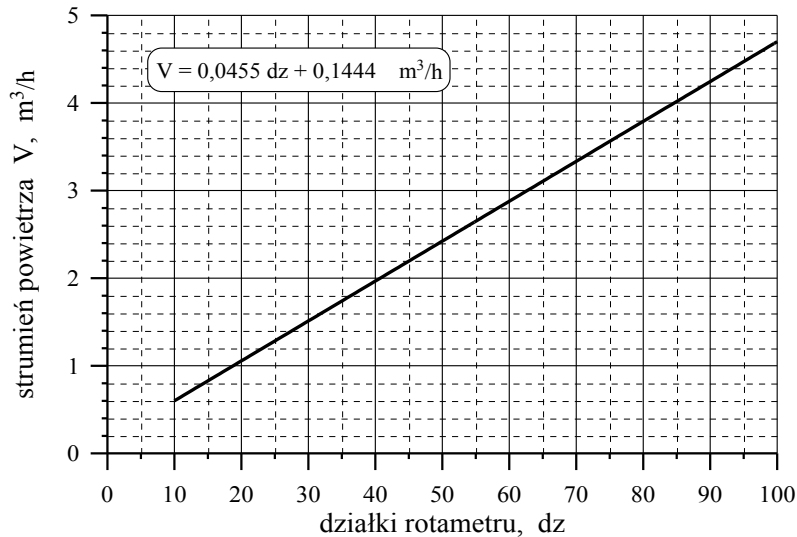
Dla wyznaczenia współczynnika wnikania ciepła dla konwekcji wymuszonej, wykorzystywany jest w opisywanym ćwiczeniu drugi z przedstawionych w punkcie 2 sposobów. Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Schemat stanowiska pomiarowego do wyznaczenia współczynnika wnikania ciepła

1 - dmuchawa, 2 - zawór regulacyjny, 3 - rotametr, 4 - miedziana rura wewnętrzna, 5 - zbiornik kondensatu, 6 - wytwornica pary, 7 - grzałki elektryczne, 8 - autotransformator, 9 - cieczo wskaz, T - punkty pomiaru temperatury

Głównym jego elementem jest rekuperator typu „rura w rurze”. Rura wewnętrzna (4), o wymiarze ϕ 16 x 1 mm i długości 1 m wykonana jest z miedzi. Do przestrzeni międzyrurowej, doprowadzona jest nasycona para wodna, która kondensuje na wewnętrznej rurze miedzianej. Para wytwarzana jest w kotle (6) za pomocą dwóch elektrycznych grzałek (7). Jedna z grzałek zasilana jest poprzez autotransformator, co umożliwia, (po doprowadzeniu wody do stanu wrzenia i wyłączeniu drugiej grzałki), regulację mocy grzania, a tym samym ilości wytwarzanej pary. Rurą wewnętrzną rekuperatora przepływa powietrze atmosferyczne tłoczone dmuchawą (1). Strumień powietrza jest regulowany zaworem (2) i mierzony rotametrem (3). Wykres cechowania rotametru przedstawia rys. 6. W celu zminimalizowania ilości ciepła traconego



Rys. 6. Wykres cechowania rotametru powietrza.

przez parę do otoczenia, elementy instalacji mające z nią bezpośredni kontakt pokryte warstwą materiału ciepłochronnego. Wytworzony w wymienniku kondensat jest doprowadzany do zbiornika (5), a cieczo wskaz (9) umożliwia ciągłą kontrolę ilości wody w wytwornicy pary. Zainstalowane na stanowisku termometry pozwalają na pomiar temperatury powietrza na wlocie i wylocie z rekuperatora oraz kontrolę temperatury pary w kotle.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów należy:

- a) po sprawdzeniu i ewentualnym uzupełnieniu poziomu wody w wytwornicy pary, załączyć obie grzałki. Przed załączeniem grzałek należy włączyć dmuchawę powietrza;
- b) zaworem regulacyjnym ustawić na rotametrze wymagany strumień powietrza przepływającego przez rekuperator;
- c) po doprowadzeniu wody w wytwornicy do stanu wrzenia, wyłączyć grzałkę główną;
- d) autotransformatorem regulować moc grzałki pomocniczej w taki sposób, ażeby do zbiornika kondensatu nie wypływała para z przestrzeni międzyrurowej rekuperatora;
- e) po ustabilizowaniu się temperatury powietrza na wlocie i wylocie z rekuperatora, dokonać ich odczytu;
- f) powtórzyć czynności wymienione w pkt. b)-e) dla innych nastawów strumienia powietrza;
- g) wyniki pomiarów każdorazowo notować w tabeli

Wyznaczanie współczynnika wnikania ciepła podczas konwekcji wymuszonej gazu w rurze			
Rura wewnętrzna:			
- materiał rury: miedź			
- średnica zewnętrzna: ϕ 16 mm			
- grubość ścianki: 1 mm			
- długość strefy skraplania pary: 1 m			
Rodzaj skraplającej się pary: para wodna nasycona			
Strumień powietrza		Temperatura powietrza na wlocie	Temperatura powietrza na wylocie
działki rotametry	m ³ /h	°C	°C
10			
20			
30			
...			

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Wykorzystując równania (10), (11), i (16), wyznaczyć wartości zmierzone współczynnika wnikania ciepła.

2. Przedstawić w formie wykresu zależność pomiędzy zmierzonym współczynnikiem wnikania ciepła a prędkością przepływu powietrza.
3. Określić wartości współczynnika wnikania ciepła na podstawie obliczeń analitycznych (równania (6), (7), (8) lub wykres jak na rys. 2.) i porównać uzyskane wartości z danymi eksperymentalnymi.
4. W analizie danych uzyskanych wg pkt. 3, zwrócić szczególną uwagę na różnice pomiędzy zmierzonymi i obliczonymi wartościami α otrzymanymi w zakresie odpowiadającym innemu niż burzliwy charakterowi przepływu powietrza.
5. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, Skrypt PO nr 189, Opole 1996
- [2] HOBLER T.: Ruch ciepła i wymienniki, WNT W-wa 1986

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Mechanizm ruchu ciepła przez wnikanie.
2. Systematyka przypadków wnikania ciepła.
3. Wpływ warunków procesowych na wartość współczynnika wnikania ciepła.
4. Sposoby eksperymentalnego wyznaczenia współczynnika wnikania ciepła.
5. Lokalny a średni współczynnik wnikania ciepła.

Ćwiczenie 2:

WYZNACZANIE STRAT CIEPŁA PRZEWODÓW IZOLOWANYCH

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest porównanie wartości strat ciepła niezaizolowanego przewodu rurowego ze stratami ciepła przewodu pokrytego warstwą izolacji ciepłochronnej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Wysoka temperatura powierzchni niektórych aparatów i rurociągów, może być powodem dużych strat ciepła do otoczenia. Na wartość tych strat można wpływać stosując izolację ciepłochronną. Zadanie izolacji polega na wytworzeniu odpowiedniego oporu cieplnego dla przepływu ciepła przez izolowaną ścianę. Wykorzystuje się w tym przypadku złą przewodność cieplną materiałów izolacyjnych, wynikającą przeważnie z ich dużej porowatości. Na ogół, izolowanie powierzchni zmniejsza stratę ciepła do otoczenia o (80÷90%) w stosunku do powierzchni nieizolowanych. Oczywiście nie izoluje się takich elementów powierzchni, gdzie zmniejszenie strumienia ciepła nie daje dodatnich skutków ekonomicznych; np. rurociąg kierujący gorący płyn do atmosfery itp., chyba, że decydują o takiej potrzebie inne powody. Izolacja ma również znaczenie dla ochrony obsługi przed nadmierną temperaturą pomieszczeń w okresie letnim oraz przed bezpośrednim oparzeniem. Duże znaczenie ma izolacja cieplna urządzeń technologicznych. Może ona decydować o prawidłowości przebiegu procesu technologicznego, o jakości i ilości produkcji oraz o ekonomii procesów produkcyjnych. Poza tym izolacja zapobiega korozji i zagęszczaniu, a nawet zamarzaniu cieczy w rurociągach w okresie zimowym. W niektórych urządzeniach (np. kulowych młynach węglowych) izolacja cieplna poprawia warunki izolacji akustycznej.

W przemyśle najczęściej izoluje się rurociągi przesyłowe cieczy, pary lub gazów oraz urządzenia do przepływu ciepła takie jak: aparaty wyparne, zagrzewacze, niektóre reaktory, itp. Efekty wynikające z zastosowania izolacji

cieplnej zależą od rodzaju użytych na nią materiałów, jakości wykonania izolacji oraz prawidłowej jej eksploatacji.

Właściwości materiałów izolacyjnych szeroko podaje literatura, np. [1]. Od materiałów izolacyjnych wymaga się następujących cech:

- małego współczynnika przewodzenia ciepła, który zależy nie tylko od rodzaju materiału lub konstrukcji izolacji, lecz także od stopnia ubicia, wysuszenia izolatora cieplnego, itp.;
- dużej temperatury zapłonu. W miarę zwiększania temperatury nie tylko zwiększa się współczynnik przewodzenia ciepła izolacji, ale przekroczenie pewnej dopuszczalnej temperatury, może grozić jej zapaleniem się;
- lekkości, ponieważ duża gęstość materiału izolacyjnego może spowodować nadmierne obciążenie rurociągów, ich zawieszonych konstrukcji nośnej, a przy rurociągach pionowych duży ciężar własny może wywierać nadmierny nacisk na dolne warstwy izolacji, wobec czego może być przekroczona dopuszczalna wytrzymałość materiału na ściskanie;
- dużej wytrzymałości mechanicznej;
- małej nasiąkliwości, bowiem zawilgocenie izolacji wpływa na zwiększenie jej przewodności cieplnej, a także może spowodować zniszczenie samej izolacji, rurociągu i podpór;
- niskiej ceny materiału oraz niskiego kosztu wykonania i eksploatacji (konserwacji) izolacji.

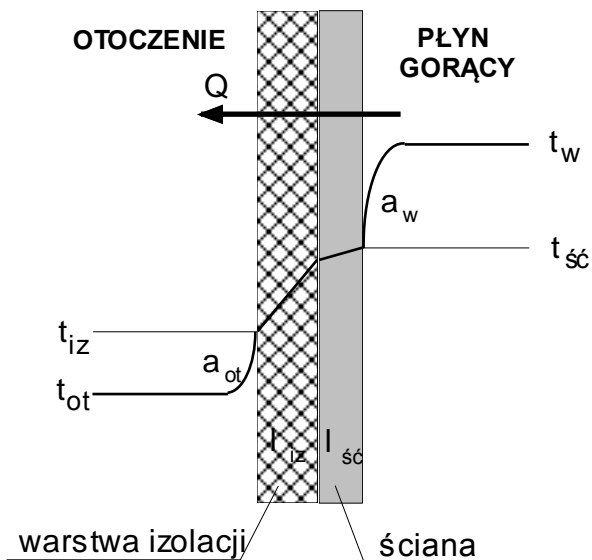
Materiały izolacyjne znajdują zastosowanie w następujących postaciach:

- izolacja segmentowa w postaci kształtek;
- luźny materiał do napełniania w postaci proszku, waty, itp.;
- izolacja opaskowa lub nawojowa;
- izolacja plastyczna zalewana lub natryskowa;
- izolacja ekranowa.

Grubość warstwy izolacyjnej powinna być tak dobrana, ażeby odpowiadała wielu warunkom, do których między innymi należą:

- największa dopuszczalna wartość strat cieplnych przypadająca na jednostkę powierzchni w jednostce czasu. Warunek ten może być sformułowany również nieco inaczej. Można określić dopuszczalne maksymalne obniżenie temperatury płynu grzejącego dla danej długości przewodu albo dopuszczalną ilość pary ulegającej skropleniu podczas przepływu przez dany przewód. W tym przypadku wyznaczenie wymaganej grubości izolacji poprzedzają obliczenia dopuszczalnych strat ciepła, (bilans ciepła);
- dopuszczalna temperatura powierzchni przewodu izolowanego oraz zewnętrznej powierzchni izolacji;
- zabezpieczenie cieczy przepływającej przewodem przed zamarznięciem.

Obliczanie wymaganej dla uzyskania założonych strat ciepła grubości izolacji związane jest z analizą zjawiska przenikania ciepła przez przegrodę dwu- lub wielowarstwową (jeżeli stosowane ma być kilka warstw izolacji z różnych materiałów). Rozkład temperatury dla przenikania ciepła przez płaską przegrodę dwuwarstwową przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Rozkład temperatury przy przenikaniu ciepła przez płaską zaizolowaną powierzchnię

Równania opisujące zjawisko przenikania ciepła przez przegrodę płaską wielowarstwową można zapisać w następującej postaci:

$$\frac{Q}{F} = q = \alpha_w (t_w - t_{sc}), \quad (1)$$

$$\frac{Q}{F} = q = \frac{t_w - t_{iz}}{\sum_{i=1}^n \frac{s_i}{\lambda_i}}, \quad (2)$$

$$\frac{Q}{F} = q = \alpha_{ot} (t_{iz} - t_o), \quad (3)$$

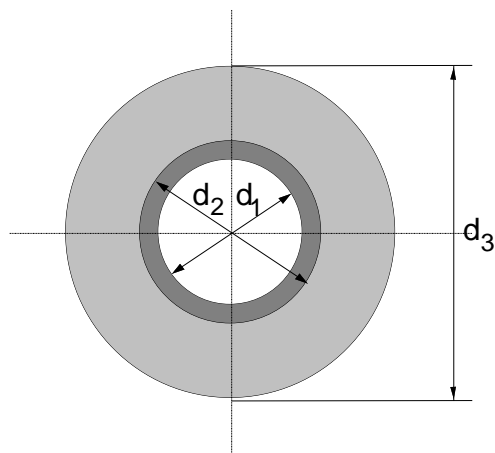
w których: Q - strumień ciepła przenikającego (założony lub wyznaczony z bilansu cieplnego płynu gorącego), W;
 F - pole powierzchni izolowanej, m^2 ;
 q - gęstość strumienia ciepła traconego, W/m^2 ;

- α_w - współczynnik wnikania ciepła po stronie płynu gorącego (zwykle konwekcja wymuszona), $W/(m^2 \cdot K)$;
 α_{ot} - współczynnik wnikania ciepła po stronie zewnętrznej przegrody (zwykle konwekcja naturalna), $W/(m^2 \cdot K)$;
 $t_w, t_{ot}, t_{iz}, t_{śc}$ - temperatura wg oznaczeń na rys. 1.

Analityczne wyznaczenie wymaganej grubości warstwy izolacji na podstawie powyższych równań jest kłopotliwe ze względu na ścisły związek pomiędzy temperaturą zewnętrzną powierzchni izolacji t_{iz} a poszukiwaną grubością tej warstwy. Poza tym, od temperatury powierzchni zewnętrznej izolacji (przy konwekcji naturalnej), jest zależny współczynnik wnikania ciepła α_{ot} . W praktyce, tok obliczeń s_{iz} ma charakter iteracyjny i polega na zakładaniu, a następnie sprawdzeniu, przyjętej temperatury powierzchni zewnętrznej. Szczegółowy tok postępowania można znaleźć w literaturze, np. praca [2].

Nakładanie grubych warstw izolacji zmniejsza w sposób istotny straty ciepła, obniżając koszt jednostkowy zapotrzebowania na ciepło, a więc koszt zużycia paliw stałych i energii; równocześnie zwiększanie grubości izolacji zwiększa koszty inwestycyjne. Grubość izolacji cieplnej danego elementu powinno się tak dobrać, ażeby osiągnąć minimum sumarycznych kosztów ciepła i inwestycji.

Dla przewodów rurowych, pokrytych warstwą izolacji, straty cieplne nie zmniejszają się proporcjonalnie do jej grubości. Na rys. 2 oznaczono przez d_1 wewnętrzną średnicę przewodu izolowanego, przez d_2 średnicę zewnętrzną tego przewodu, a tym samym wewnętrzną średnicę izolacji, a przez d_3 zewnętrzną średnicę izolacji.



Rys. 2. Charakterystyczne wymiary zaizolowanego przewodu rurowego

Opór cieplny cylindrycznej warstwy izolacji może być ujęty zależnością

$$R_{iz} = \frac{1}{2\pi\lambda_{iz}} \ln \frac{d_3}{d_2}, \quad \text{m}\cdot\text{K}/\text{W} \quad (4)$$

Stratę ciepła przypadającą na jednostkę długości rurociągu w jednostce czasu można wyrazić równaniem

$$\frac{dQ}{dL} = \frac{\pi}{\frac{1}{\alpha_w d_1} + \frac{1}{2\lambda_{\dot{s}c} \ln \frac{d_2}{d_1}} + \frac{1}{2\lambda_{iz} \ln \frac{d_3}{d_2}} + \frac{1}{\alpha_{ot} d_3}} (t_w - t_{ot}). \quad (5)$$

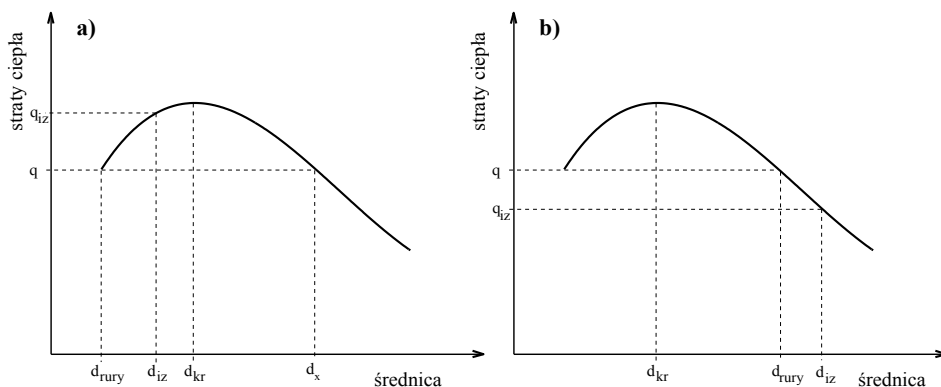
Zwiększenie grubości warstwy izolacji (wzrost d_3), jest związane ze zwiększeniem d_3/d_2 oraz ze zmniejszaniem wyrazu $1/(\alpha_{ot} d_3)$. Można stąd wysunąć przypuszczenie, że funkcja (5) ma tzw. krytyczną (ekstremalną) wartość d_{kr} , przy której straty ciepła są największe. Pochodna mianownika w równaniu (5) względem średnicy d_3 jest

$$\frac{d\left(\frac{1}{\alpha_w d_1} + \frac{1}{2\lambda_{\dot{s}c} \ln \frac{d_2}{d_1}} + \frac{1}{2\lambda_{iz} \ln \frac{d_3}{d_2}} + \frac{1}{\alpha_{ot} d_3}\right)}{d(d_3)} = 0, \quad (6)$$

a stąd krytyczna (ekstremalna) średnica izolacji

$$d_3 = d_{kr} = \frac{2\lambda_{iz}}{\alpha_{ot}}. \quad (7)$$

Straty ciepła rurociągu w zależności od średnicy zewnętrznej warstwy izolacji przedstawiono na rys. 3.

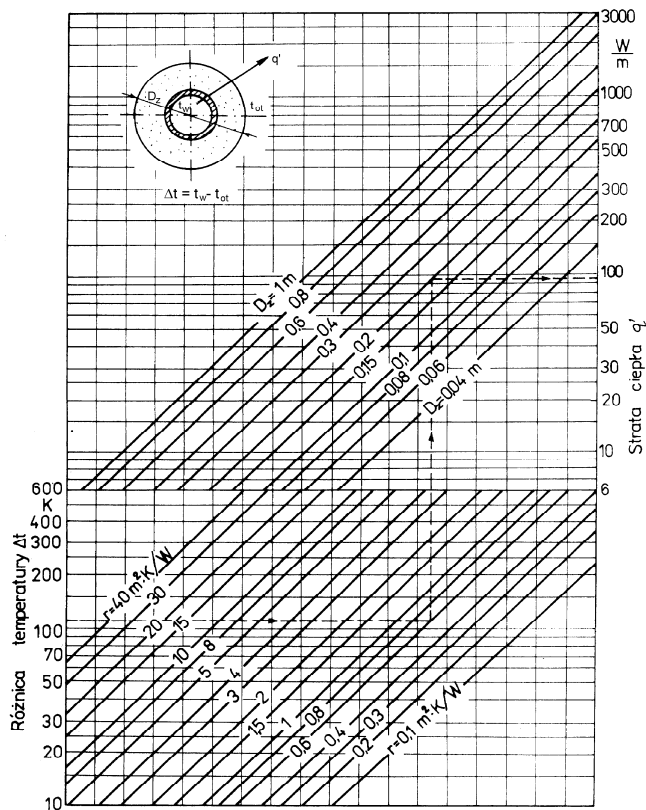


Rys. 3. Strat ciepła w zależności od średnicy izolowanej rury
a) poniżej średnicy krytycznej, b) powyżej średnicy krytycznej

Przebieg krzywej wskazuje, że początkowo straty ciepłe zwiększają się ze zwiększaniem d_3 i osiągają maksimum dla wartości d_{kr} . W przypadku gdy średnica rury jest mniejsza od krytycznej (rys.3.a), stosowanie izolacji powoduje zwiększenie strat ciepła a nie ich zmniejszenie. Zmniejszenie strat ciepła w stosunku do rury niez izolowanej, można w tym przypadku osiągnąć dopiero dla bardzo dużej grubości warstwy izolacyjnej; średnica większa od d_x . Jak wynika z postaci równania (7) duża średnica krytyczna izolacji może jednak pojawić się głównie w przypadku stosowania materiałów izolacyjnych o dużym współczynniku przewodzenia ciepła (np. zawilgoconych), stosowanych w otoczeniu o słabych warunkach przyjmowania ciepła.

Jeżeli natomiast średnica rury jest większa od krytycznej, (rys. 3.b)), stosowanie izolacji zawsze wpływa na zmniejszenie strat ciepła.

W praktyce, do wyznaczania strat ciepła powierzchni izolowanych wykorzystywane są specjalne, podawane w literaturze nomogramy, np. rys. 4.



$$r = D_z \left[\frac{1}{\alpha_w D_1} + \frac{1}{2 \lambda_1} \ln \frac{D_2}{D_1} + \dots + \frac{1}{2 \lambda_n} \ln \frac{D_z}{D_n} \right]$$

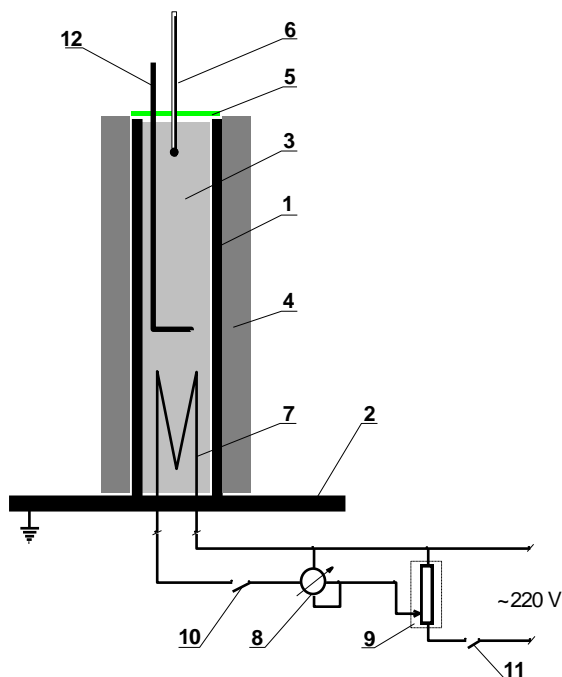
Rys. 3. Nomogram do wyznaczania strat ciepła izolowanych przewodów rurowych

Na rys. 4 przedstawiono nomogram służący do wyznaczania strat ciepła zaizolowanego przewodu rurowego. Do jego wykorzystania potrzebna jest znajomość różnicy temperatury ΔT pomiędzy płynem w przewodzie i otoczeniem, opór cieplny przegrody r (także wielowarstwowej) oraz zewnętrzna średnica warstwy izolacji. Aczkolwiek, nomogram przedstawiony na rys. 4, służy do określania wielkości strat ciepła przewodów pokrytych już warstwą izolacji o założonej grubości, to jednak kilkakrotne założenie średnicy zewnętrznej izolacji pozwolić może na wyznaczenie wymaganej jej grubości dla uzyskania założonych (na podstawie bilansu cieplnego płynu płynącego wewnątrz rury) dopuszczalnych strat ciepła.

W literaturze, np. [1,2], znaleźć można również nomogramy dotyczące nieizolowanych i izolowanych ciepłnie powierzchni o innym kształcie, w tym elementów armatury: zaworów, kołnierzy, króćców itp.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska do wyznaczania strat ciepła przewodów rurowych przedstawiono na rys. 5.



Rys. 4. Stanowisko do badania strat ciepła

1 - rura stalowa $\phi 57 \times 2$ mm, 2 - płyta nośna, 3 - olej, 4 - warstwa izolacji ciepłochronnej, 5 - pokrywa, 6 - termometr, 7 - grzałka, 8 - watomierz, 9 - autotransformator, 10,11 - wyłączniki zasilania, 12 - mieszkadło.

Głównym elementem jest stalowa rura (1) o średnicy zewnętrznej 57 mm i długości 0,5 m, zamontowana pionowo na płycie (2). Rura wypełniona jest olejem maszynowym (3) i zamknięta od góry pokrywką z tworzywa sztucznego (5) w której zamontowano termometr (6) i mieszkadło (12). W trakcie prowadzenia pomiarów strat ciepła, na rurę nakładane są różne warstwy izolacji cieplnej. Ich wykaz przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1

Charakterystyka warstw izolacji cieplnych wykorzystywanych w ćwiczeniu

Rodzaj izolacji	Średnica wewnętrzna	Średnica zewnętrzna	Współczynnik przewodzenia ciepła
Gips + tkanina bawełniana	57 mm	62 mm	0,396 W/(m·K)
	57 mm	74 mm	
	57 mm	78 mm	
	57 mm	85 mm	
	57 mm	100 mm	
Pianka poliuretanowa	57 mm	76 mm	0,027 W/(m·K)
	57 mm	105 mm	

We wnętrzu rury umieszczono grzałkę elektryczną (7) ogrzewającą olej. Moc grzałki regulowana jest (poprzez zmianę napięcia zasilania) autotransformatorem (9), a mierzona watomierzem (8). Istota pomiaru strat ciepła przewodzenia rurowego polega na podgrzaniu zawartego w rurze oleju do założonej temperatury t_x i takim dalszym sterowaniu mocą grzałki aby temperatura oleju nie ulegała zmianie. Wartość mocy odczytana na watomierzu odpowiada mocy cieplnej traconej przez olej do otoczenia. Wykorzystanie izolacji o różnej średnicy zewnętrznej pozwala na wyznaczenie zależności pomiędzy stratami ciepła a grubością materiału izolacyjnego.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów strat ciepła przewodzenia rurowego, należy wykonać następujące czynności:

- a) włączyć zasilanie i regulując autotransformatorem moc grzałki podgrzać olej w nieizolowanej cieplnie rurze do temperatury 90°C. W celu

- wyrównania temperatury oleju w całej jego objętości, co pewien czas mieszać olej mieszadłem;
- odczekać ok. 15 min (w celu stabilizacji termicznej układu), kontrolując jednocześnie stałość temperatury oleju i dokonując ewentualnych jej korekt poprzez regulację mocy grzania;
 - odczytać na watomierzu i zanotować w tabeli moc cieplną traconą przez niezaizolowaną rurę;
 - nałożyć na rurę warstwę izolacji i powtórzyć pomiar mocy traconej, przy niezminionej wartości temperatury oleju. Wyniki zanotować w tabeli;
 - pomiary powtórzyć dla warstw izolacji o różnej grubości; każdorazowo przy tej samej, stałej temperaturze oleju;

Uwaga ! W trakcie pomiarów zwrócić szczególną uwagę na wysoką temperaturę powierzchni rury, która grozi poparzeniem.

- po zakończeniu pomiarów wyłączyć zasilanie grzałki.

Wyznaczanie strat ciepła przewodzenia rurowego			
Temperatura otoczenia: °C			
Temperatura oleju: °C			
Współczynnik przewodzenia ciepła izolacji gipsowej: 0,396 W/ (m · K)			
Współczynnik przewodzenia ciepła izolacji poliuretanowej: 0,027 W/ (m · K)			
Współczynnik przewodzenia ciepła ścianki przewodzenia rurowego: 45 W/ (m · K)			
Rodzaj izolacji	Średnica zewnętrzna	Grubość	Zmierzone straty ciepła
-	mm	mm	W
Rura niezaizolowana	57	2	
Izolacja gipsowa	62	2,5	
	74	8,5	
	78	10,5	
	85	14	
	100	21,5	
Izolacja poliuretanowa	76	9,5	
	105	24	

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW POMIARÓW

- Dla rury niezaizolowanej - określić gęstość strumienia ciepła traconego do otoczenia przez jednostkę długości rury.
- Dla izolacji gipsowych - wykreślić zależność pomiędzy zmierzonymi wartościami strat ciepła a grubością izolacji.

3. Dla izolacji poliuretanowych - określić, na podstawie uzyskanych pomiarów, skuteczność ograniczania strat ciepła w stosunku do powierzchni niezaizolowanej.
4. Dla wszystkich uzyskanych wyników pomiarów - porównać wartości zmierzonych strat ciepła z wartościami wyznaczonymi na podstawie nomogramu z rys. 4.
5. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, Skrypt PO nr 189, Opole 1996
- [2] HOBLER T.: Ruch ciepła i wymienniki, WNT W-wa, 1986
- [3] SERWIŃSKI M.: Zasady inżynierii chemicznej, WNT W-wa, 1982

7. TEMATYKA ZAGADNIENÍ KONTROLNYCH

1. Przenikanie ciepła przez przegrodę wielowarstwową.
2. Izolacja cieplna oraz cele jej stosowania.
3. Wymagania stawiane materiałom ciepło- i zimnochronnym.
4. Krytyczna średnica izolacji cieplnej przewodu rurowego.
5. Warunki konieczne dla poprawnego działania izolacji cieplnej.

Ćwiczenie 3:

BADANIE PRZEPŁYWU CIEPŁA PRZEZ ŚCIANĘ RURY OŻEBROWANEJ

1. CEL ĆWICZENIA

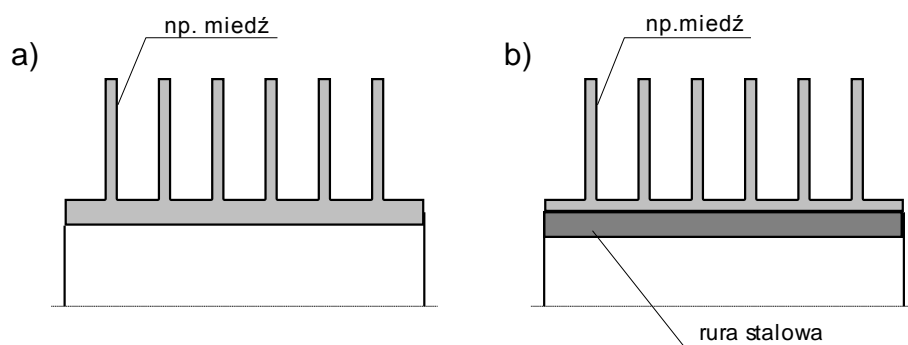
Celem ćwiczenia jest porównanie ilości ciepła oddawanego do otoczenia przez poprzecznie ożebrowaną rurę poziomą z ilością ciepła oddawaną w tych samych warunkach przez rurę gładką.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Jednym ze sposobów intensyfikacji procesu przenikania ciepła jest rozwinięcie powierzchni przegrody (ściany) rozdzielającej płyny wymieniające ciepło. Rozwinięcie powierzchni realizowane jest poprzez instalowanie tzw. żeber, przy czym mogą być one wykonywane po jednej lub po obu stronach przegrody. Żebra charakteryzują się zróżnicowaną geometrią i technologią wykonania. Wyposaża się w nie zarówno powierzchnie płaskie jak i cylindryczne, przy czym ukierunkowanie żeber powinno być zgodne z kierunkiem ruchu omywającego je czynnika. Z tego względu ożebrowanie wzdłużne wykonuje się na powierzchniach płaskich, we wnętrzu rur oraz na zewnątrz rur pionowych. Użebrowanie poprzeczne stosowane powinno być natomiast w odniesieniu do zewnętrznej powierzchni rur poziomych. Dla zapewnienia poprawności działania żebra ważnym jest zapewnienie dobrego przylegania jego podstawy do powierzchni na której je wykonano. Z tego względu połączenie żebra z przegrodą, której powierzchnia ma być rozwinięta, realizowane jest zwykle na drodze spawania, obróbki plastycznej lub obróbki skrawaniem.

Obecnie najbardziej rozpowszechnionym sposobem wytwarzania wysoko-sprawnych żeber poprzecznych na rurach jest obróbka plastyczna. Polega ona na walcowaniu ich powierzchni zewnętrznej na specjalnie ukształtowanych walcach. W zależności od stosowanej technologii otrzymuje się żebra obwodowe rozmieszczone z daną podziałką lub pojedyncze żebro spiralnie o określonym skoku. Materiał z którego wykonywane są żebra powinien charakteryzować się dobrą przewodnością cieplną, a także (przy stosowaniu

walcowania) być plastyczny. Wymagania te spełniają metale kolorowe (np. miedź lub aluminium) lub ich stopy. Jeżeli rurom ożebrowanym nie są stawiane wysokie wymagania co do odporności korozyjnej i wytrzymałości mechanicznej, to mogą być one wykonane w całości z jednego kawałka metalu kolorowego. Rury takie noszą nazwę monometalowych przewodów ożebrowanych, rys. 1a). Jeżeli płyn płynący wewnątrz rury jest agresywny chemicznie lub wykazuje wysoką temperaturę i ciśnienie, to przewody ożebrowane wykonuje się zwykle jako bimetalowe, rys. 1b). Technologia wykonania takich rur polega na walcowaniu materiału (z którego mają być utworzone żebra) łącznie z umieszczoną w jego wnętrzu rurą stalową o wymaganej wysokiej odporności na warunki pracy. W efekcie otrzymuje się przewód ożebrowany o dobrych właściwościach przewodzenia ciepła, przywalcowany do powierzchni rury stalowej o wysokiej odporności mechanicznej.



Rys. 1. Rura z ożebrowaniem obwodowym poprzecznie walcowanym
a) monometalowa, b) bimetalowa

Wielkościami charakteryzującymi poprzeczne ożebrowanie przewodu rurowego są:

- gęstość ożebrowania - określona jako liczba żeber przypadająca na metr długości rury;
- stopień ożebrowania - określający rozwinięcie powierzchni przepływu ciepła, a wyrażający stosunek powierzchni rury ożebrowanej do powierzchni rury pozbawionej żeber.

Analityczny opis ruchu ciepła przez powierzchnię ożebrowaną opiera się na analizie przypadku przenikania ciepła przez płaską ścianę wyposażoną jednostronnie w prostokątne żebra proste. Schemat takiej przegrody (z zaznaczeniem charakterystycznych dla opisu procesu przenikania ciepła parametrów) przedstawiono na rys.2.

- α_1 - współczynnik wnikania ciepła po nieożebrowanej stronie przegrody, zależny od przebiegu procesu wnikania, $W/(m^2 \cdot K)$;
 s - grubość ściany pozbawionej żeber, m;
 λ - współczynnik przewodzenia ciepła materiału z którego wykonana jest przegroda ożebrowana, $W/(m \cdot K)$;
 α_2 - współczynnik wnikania ciepła po ożebrowanej stronie ściany, zależny od przebiegu procesu wnikania po tej stronie przegrody i liczony dla średniej temperatury żebra t_2' , $W/(m^2 \cdot K)$;
 η_z - sprawność żebra płaskiego, opisana równaniem

$$\eta_z = \frac{\operatorname{tgh}(m h)}{m h}, \quad (3)$$

$$\text{gdzie: } m = \sqrt{\frac{2\alpha_2}{\lambda \delta}},$$

- δ - grubość żebra, m;
 h - wysokość żebra, m.

Żebra poprzeczne, wykonane na zewnętrznej powierzchni cylindrycznej (np. rury), oddają ciepło gorzej niż żebra płaskie, przy tej samej ich powierzchni. Dla żebra okrągłego współczynnik przenikania ciepła występujący w równaniu (1) przybiera postać

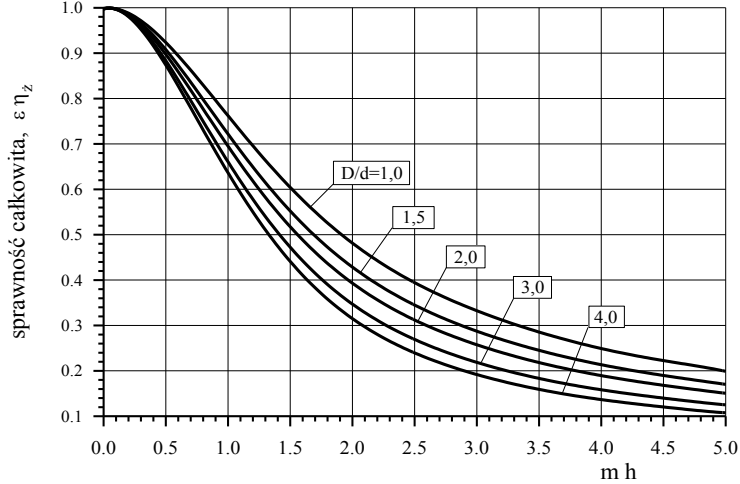
$$\frac{1}{k} = \frac{\varphi}{\alpha_1} + \frac{\varphi s}{\lambda} + \frac{1}{\varepsilon \eta_z \alpha_2}, \quad (4)$$

w której symbol ε oznacza poprawkę sprawności żebra poprzecznego. Dla żeber okrągłych poprawka ε uzależniona jest od wartości funkcji

$$\varepsilon = f\left(\frac{D}{d}; \frac{1}{\cosh(m h)}\right). \quad (5)$$

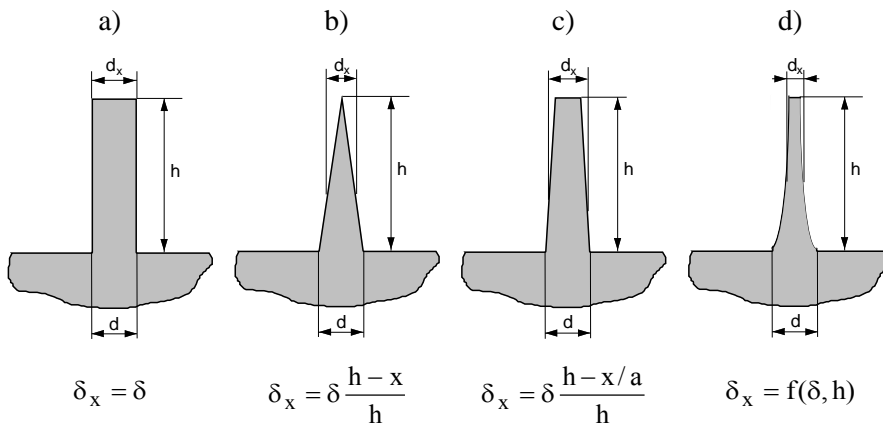
Jej wartość podaje literatura (tabelarycznie lub w formie wykresu), np. [1]. Symbole D i d oznaczają zewnętrzną i wewnętrzną średnicę żebra. Ze względu na to, że zarówno sprawność żebra jak i poprawka sprawności są związane z tymi samymi parametrami m i h , opracowano również gotowe wykresy przedstawiające całkowitą sprawność żebra o danym kształcie, np. rys. 3. Jak wynika z rys.3, sprawność żebra maleje wraz ze zwiększaniem iloczynu $m h$ co oznacza, że zastosowanie cienkich i wysokich żeber, wykonanych z materiału o małym współczynniku przewodzenia ciepła i umieszczonych po stronie płynu dobrze odbierającego ciepło, może powodować zmniejszenie a nie zwiększenie intensywności przepływu ciepła przez przegrodę ożebrowaną. Zasadą jest więc stosowanie żeber po tej stronie ściany, gdzie współczynnik wnikania ciepła

przyjmuje małe wartości (np. przy konwekcji naturalnej w gazie), jak również zachowanie racjonalnych wymiarów żebra związanych z jego wysokością (średnicą) i powierzchnią.



Rys. 3. Sprawność całkowita prostokątnego poprzecznego żebra okrągłego

Strumień ciepła przenikającego przez powierzchnię ożebrowaną związana jest również z kształtem przekroju poprzecznego żeber, rys. 4.



Rys. 3. Kształty żeber

a) prostokątne, b) trójkątne, c) trapezowe, d) profilowane

Rozwiązaniem najbardziej korzystnym i jednocześnie technologicznie prostym do wykonania jest żebro trójkątne.

Jeżeli rozpatruje się ruch ciepła pomiędzy ożebrowaną powierzchnią cylindryczną, o znanej temperaturze podstawy żeber, a otoczeniem, to strumień przepływającego ciepła określić można wykorzystując równanie (1), w którym współczynnik k zredukuje się do postaci

$$k = \varepsilon \eta_z \alpha_{ot}, \quad (6)$$

a zatem

$$Q_z = \varepsilon \eta_z \alpha_{ot,z} F_z \Delta T_z \quad (7)$$

gdzie: Q_z - strumień przepływającego ciepła, W;

ε - poprawka sprawności, -;

η_z - sprawność żebra, -;

$\alpha_{ot,z}$ - współczynnik wnikania ciepła od powierzchni ożebrowanej dla konwekcji naturalnej w powietrzu atmosferycznym, $W/(m^2 \cdot K)$;

F_z - pole powierzchni ożebrowanej. Dla okrągłych żeber o przekroju prostokątnym

$$F_z = \pi L \left(\frac{d(2t - 2\delta - d) + D(2\delta + D)}{2t} \right) \quad (8)$$

gdzie: d - średnica podstawy żebra, m;

D - średnica zewnętrzna żebra, m;

L - długość ożebrowanej rury, m;

δ - grubość żebra, m;

t - podziałka rozmieszczenia żeber, m;

ΔT_z - różnica temperatury pomiędzy powierzchnią ożebrowaną i otoczeniem, K.

Strumień ciepła płynący do otoczenia w tych samych warunkach temperaturowych, przez tę samą powierzchnię cylindryczną pozbawioną jednak ożebrowania

$$Q_r = \alpha_{ot,r} F_r \Delta T \quad (9)$$

gdzie: Q_r - strumień przepływającego ciepła, W

$\alpha_{ot,r}$ - współczynnik wnikania ciepła dla powierzchni nieożebrowanej dla konwekcji naturalnej w powietrzu atmosferycznym, $W/(m^2 \cdot K)$;

F_r - pole powierzchni nieożebrowanej. Dla rury gładkiej

$$F_r = \pi d L \quad (10)$$

gdzie: d - zewnętrzna średnica rury, m;
 L - długość rury, m.

ΔT_r - różnica temperatury pomiędzy powierzchnią nieożebrowaną i otoczeniem, K.

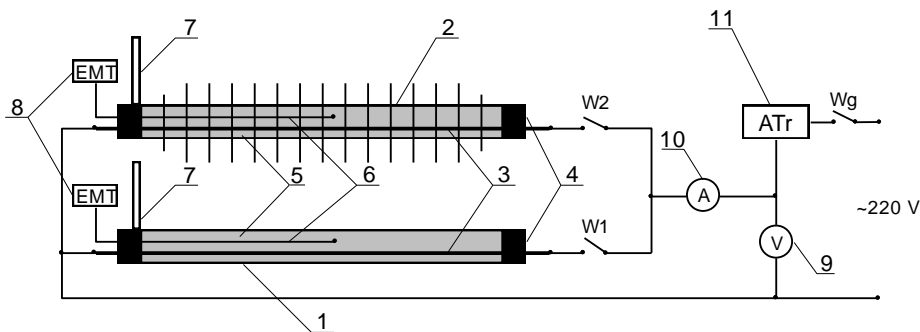
Stosunek wartości strumieni ciepła opisywanych równaniami (7) i (9) przedstawia poziom intensyfikacji przepływu ciepła poprzez stosowanie ożebrowania

$$\delta Q = \frac{Q_z}{Q_r} = \frac{\varepsilon \eta_z \alpha_{ot,z} F_z \Delta T_z}{\alpha_{ot,r} F_r \Delta T_r}. \quad (11)$$

Parametrem najbardziej wpływającym na wartość stosunku δQ jest wartość iloczynu $\varepsilon \eta_z$, dlatego też w praktyce konstrukcyjnej dąży się do tego, ażeby jego wartość jak najbardziej zbliżona była do jedności.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska pomiarowego, służącego do oceny wpływu ożebrowania poprzecznego rury poziomej na strumień ciepła oddawanego przez nią do otoczenia, przedstawiono na rys.4.



Rys.4. Schemat stanowiska pomiarowego

1 - miedziana rura gładka, 2 - bimetalowa rura ożebrowana, 3 - grzałki elektryczne, 4 - zaślepki tekstolitowe, 5 - olej maszynowy, 6 - termopary Ni-CrNi, 7- szklane rurki buforowe, 8 - elektroniczne mierniki temperatury, 9 - woltomierz, 10 - amperomierz, 11- autotransformator, W - wyłączniki

Głównymi jego elementami są dwie poziome rury grzewcze (1) i (2) wypełnione olejem maszynowym (5). Jedną z rur stanowi miedziana rura gładka, drugą bimetalowa rura z zewnętrznym ożebrowaniem śrubowym. Charakterystykę konstrukcyjną obu rur podano w tabeli 1. Do wnętrza rur, poprzez tekstolitowe zaślepki (4), wprowadzone są grzałki elektryczne (3).

Temperatura oleju kontrolowana jest termoparami (6). Wobec małej średnicy wewnętrznej rur i braku przepływu oleju, w warunkach ustalonych temperatura oleju wyrażać może (z wystarczającym przybliżeniem) temperaturę samych rur. Ze względu na rozszerzalność termiczną oleju, w zaślepkach tekstolitowych umieszczono szklane rurki (7) w których gromadzi się zwiększona objętość oleju.

Tabela 1

Charakterystyka wymiarów rur grzewczych

Wymiar	Rura nieożebrowana (miedź)	Rura ożebrowana (miedź + aluminium)
Długość	0,5 m	0,5m
Średnica rury	25mm	25mm
Średnica żeber	-	50mm
Podziałka rozmieszczenia żeber	-	6mm
Grubość żeber	-	3mm
Pole powierzchni przepływu ciepła	0,078m ²	0,583m ²

Moc grzałek (włączanych niezależnie włącznikami W1 i W2) regulowana jest autotransformatorem (11), a mierzona układem mierników woltomierz-amperomierz (9) i (10). Istota pomiaru strumienia ciepła oddawanego do otoczenia przez powierzchnie rur polega na określeniu mocy pobieranej przez każdą z grzałek dla utrzymania temperatury oleju na stałym poziomie. Wyznaczany w ten sposób strumień ciepła oddawanego do otoczenia jest równy

$$Q = P = U I \Big|_{\text{dla } T_{ol} = \text{const}} \quad (12)$$

gdzie: P - moc elektryczna pobierana przez daną grzałkę, W;

U - wskazanie woltomierza, V;

I - wskazanie amperomierza, A;

T_{ol} - temperatura oleju we wnętrzu danej rury.

Dodatkowym wyposażeniem stanowiska pomiarowego jest tablica poglądowa z eksponatami rur ożebrowanych o różnej konstrukcji.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów należy:

- a) włączyć zasilanie autotransformatora;
- b) włączyć czujniki temperatury;
- c) sprawdzić, wg oznaczeń na stanowisku, sposób podłączenia woltomierza i amperomierza, ustawić ich odpowiednie zakresy pomiarowe i włączyć indywidualne zasilanie mierników;

- d) włączyć dopływ prądu do grzałki w rurze nieożebrowanej, a wyłączyć do grzałki w rurze ożebrowanej;
- e) regulując napięcie suwakiem autotransformatora doprowadzić olej w rurze do stałej temperatury (ok. 60°C);
- f) po ustaleniu się warunków przepływu ciepła, co przy stałości temperatury oleju objawia się brakiem zmian prądu i napięcia zasilającego grzałkę, dokonać odczytu wskazań mierników;
- g) powtórzyć pomiary wg pkt. f) dla temperatury oleju 70, 80 i 90 °C;
- h) wyłączyć zasilanie grzałki w rurze nieożebrowanej, a włączyć w ożebrowanej;
- i) powtórzyć czynności wg pkt. e) ÷ g);
- j) po zakończeniu pomiarów wyłączyć zasilanie autotransformatora, mierników elektrycznych prądu napięcia i temperatury;
- k) w trakcie trwania pomiarów kontrolować poziom oleju w rurkach buforowych;
- l) wyniki pomiarów notować w tabeli.

Uwaga: Wysoka temperatura powierzchni rur w trakcie trwania ćwiczenia grozi poparzeniem.

Efektywność przepływu ciepła przez powierzchnię ożebrowaną						
Pole przepływu ciepła rury gładkiej: 0,078m ²						
Pole przepływu ciepła rury ożebrowanej: 0,583 m ³						
Rodzaj żeber: aluminiowe śrubowe żebra prostokątne						
Temperatura otoczenia: °C						
Temp. oleju t	Rura gładka			Rura ożebrowana		
	Napięcie U	Prąd I	Moc P=U·I	Napięcie U	Prąd I	Moc P=U·I
°C	V	A	W	V	A	W
60						
70						
80						
90						

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Określić wartości stosunku strumienia ciepła traconego przez powierzchnię ożebrowaną do strumienia ciepła traconego przez rurę pozbawioną żeber, przy tej samej temperaturze oleju wewnątrz rur.
2. Przedstawić wyniki obliczeń wg pkt.1. w postaci histogramu.

3. Oszacować wartość poprawki i sprawność badanego żebra okrągłego, wg zależności teoretycznych (3) i (5);
4. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, Skrypt PO, nr 178, Opole 1996
- [2] HOBLER T.: Ruch ciepła i wymienniki, WNT W-wa 1986
- [3] MADEJSKI J.: Teoria wymiany ciepła, Wydawnictwo Uczelniane PSz, Szczecin 1998

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Sposoby intensyfikacji przepływu ciepła w rekuperatorach.
2. Cel stosowania powierzchni ożebrowanych i zadanie żeber.
3. Rodzaje żeber i technologia ich wykonywania.
4. Ocena skuteczności działania żebra.
5. Zasady i wytyczne stosowania żeber.

Ćwiczenie 4:

BADANIA CIEPLNE REKUPERATORA

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest eksperymentalne wyznaczenie bilansu cieplnego oraz średniego współczynnika przenikania ciepła w jednodrogowym rekuperatorze płaszczowo-rurowym ze stałymi dnami sitowymi.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Badanie rekuperatora to głównie określenie jego mocy cieplnej przy danych strumieniach masy płynów przekazujących ciepło i istniejących w tych warunkach rozkładów temperatury pomiędzy ośrodkami, które ciepło to przekazują. Na podstawie wyników pomiarów można uzyskać również dodatkowe informacje dotyczące:

- prędkości i oporów przepływu płynów przekazujących ciepło,
- współczynnika przenikania ciepła i różnicy temperatury na wlocie i wylocie z aparatu,
- współczynników wydajności cieplnej.

Ze względu na sposób przepływu ciepła pomiędzy płynami w wymiennikach, aparaty te można podzielić na trzy grupy.

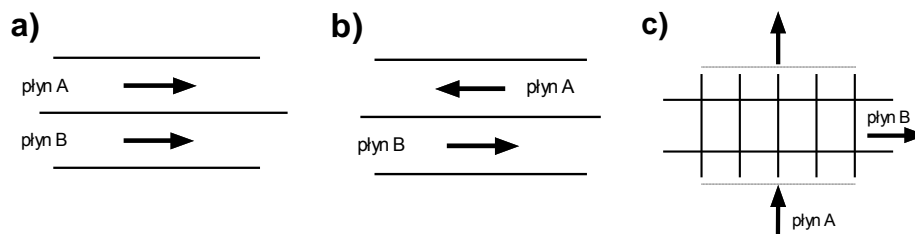
Pierwsza grupa obejmuje tzw. regeneratory ciepła, pracujące zwykle w sposób okresowy, w których sam ruch ciepła ma charakter nieustalony. W aparatach tego typu ciepło przekazywane jest za pośrednictwem, okresowo nagrzewanego przez płyn grzejny i ochładzanego przez płyn ogrzewany, wsadu, stanowiącego wypełnienie wewnętrzne aparatu.

Druga grupa to tzw. bezprzeponowe wymienniki ciepła w których ruch ciepła odbywa się na zasadzie bezpośredniego kontaktu płynu oddającego i pobierającego ciepło.

Trzecia grupa, najbardziej rozpowszechniona w praktyce, to grupa aparatów do przepływu ciepła określana mianem tzw. rekuperatorów, w których substancje przekazujące ciepło są oddzielone przegrodą (ścianą) i dzięki temu nie stykają się bezpośrednio z sobą i nie mieszają się. Przepływ ciepła w tego typu aparacie odbywa się na drodze przenikania. Taki właśnie rodzaj

wymiennika ciepła jest przedmiotem badań w niniejszym ćwiczeniu.

Klasyfikując rekuperatory pod względem kierunków przepływu płynów przekazujących ciepło, można wyróżnić trzy główne układy przedstawione schematycznie na rys. 1.



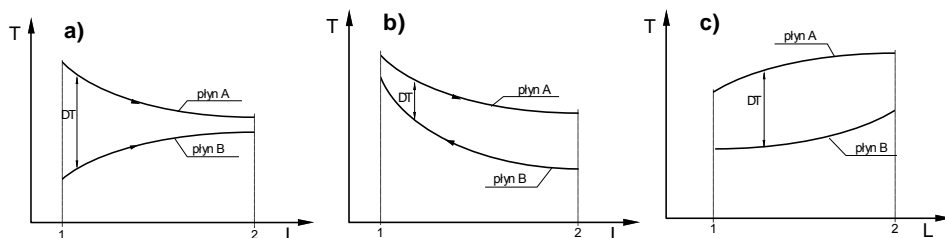
Rys. 1. Przepływy płynów w rekuperatorach.

a) współprądowy, b) przeciwproudowy, c) krzyżowy (mieszany).

Powierzchnia przegrody za pośrednictwem której przekazywane jest ciepło pomiędzy płynami może mieć kształt cylindryczny lub płaski. W odniesieniu do rekuperatorów o cylindrycznej przegrodzie rozdzielającej płyny, najczęściej stosowane są w praktyce tzw. wymienniki płaszczowo-rurowe. Rekuperatory o przegrodach płaskich, najczęściej wykonywane są natomiast jako tzw. wymienniki płytowe.

Płynami przekazującymi ciepło mogą być: dwie cieczy, ciecz i gaz, dwa gazy, czynnik zmieniający stan skupienia i gaz, płyn zmieniający stan skupienia i ciecz.

Przedstawionym na rys. 1, charakterystycznym układom przepływów, towarzyszą odpowiednie rozkłady temperatur wzdłuż przegrody oddzielającej przepływające substancje. Rozkłady te, dla typowych przypadków przepływu, przedstawiono na rys. 2. Zwrot krzywizn linii temperatur związana jest z pojemnością cieplną płynów wymieniających ciepło.



Rys. 2. Rozkłady temperatury w rekuperatorach o przepływie płynów:

a) współprądowym, b) przeciwproudowym, c) mieszanym.

T - temperatura, L - długość przepływu płynu

Jak wynika ze schematów przedstawionych na rys. 2, różnica temperatury

między płynami, decydująca o intensywności przepływu ciepła, zmienia się na długości rekuperatora. Przy założeniu liniowych zmian różnicy temperatury pomiędzy płynami w zależności od zmian temperatury jednego z płynów, średnią wartość różnicy temperatury pod wpływem której zachodzi przepływ ciepła w aparacie współ- lub przeciwpłdowym, można wyznaczyć przy wykorzystaniu średniej logarytmicznej

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln \frac{\Delta T_1}{\Delta T_2}}, \quad (1)$$

gdzie: ΔT_1 - różnica temperatury pomiędzy płynami w przekroju 1;

ΔT_2 - różnica temperatury pomiędzy płynami w przekroju 2; rys. 2.

W przypadku rekuperatorów o przepływie mieszanym, należy dodatkowo uwzględnić poprawkę ε

$$\Delta T_m = \varepsilon \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln \frac{\Delta T_1}{\Delta T_2}}, \quad (2)$$

W literaturze, np. [1], podawane są tablice lub wykresy służące do wyznaczania wartości poprawek ε dla rekuperatorów o określonej konfiguracji przepływu płynów.

Przy stosunku $\Delta T_1/\Delta T_2 < 2$ średnią wartość różnicy temperatury pomiędzy płynami w rekuperatorze można obliczać z zależności

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_1 + \Delta T_2}{2}. \quad (3)$$

Podstawowym mechanizmem przepływu ciepła w rekuperatorach jest jego przenikanie, składające się z wnikania ciepła do i od powierzchni przegrody, jak również przewodzenia ciepła przez przegrodę oraz warstwy wydzielonych na jej powierzchni zanieczyszczeń. Równanie ruchu ciepła w tym przypadku można zapisać jako

$$Q = k F \Delta T_m, \quad (4)$$

gdzie: k - współczynnik przenikania ciepła, $W/(m^2 \cdot K)$;

F - powierzchnia przenikania ciepła, m^2 ;

ΔT_m - średnia różnica temperatury pomiędzy czynnikami, K .

Zależność na współczynnik przenikania ciepła ma postać

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{\alpha_w} + \frac{s}{\lambda_{\acute{s}c}} + \frac{1}{\alpha_z} + \sum \frac{1}{\alpha_o}, \quad (5)$$

gdzie: α_w - współczynnik wnikania ciepła po stronie wewnętrznej, $W/(m^2 \cdot K)$;
 s - grubość przegrody, m;
 $\lambda_{śc}$ - współczynnik przewodzenia ciepła ściany, $W/(m \cdot K)$;
 α_z - współczynnik wnikania ciepła po stronie zewnętrznej, $W/(m^2 \cdot K)$;
 $\sum \frac{1}{\alpha_o}$ - opór przewodzenia ciepła zanieczyszczeń (osadów) powstających na powierzchni przegrody w trakcie eksploatacji aparatu, $(m^2 \cdot K)/W$.

W literaturze, np. [2,3] znaleźć można wiele równań opisujących proces wnikania ciepła w rekuperatorach.

Przykładowo, dla rekuperatorów jednodrogowych bez przegród, dla przepływu wymuszonego, można polecić zależności:

- dla przepływu laminarnego, $Re < 2100$

$$\text{gdy: } Re \Pr \left(\frac{d}{L} \right) > 13 \rightarrow Nu = 1,86 \left(\frac{\eta}{\eta_{śc}} \right)^{0,14} \left(Re \Pr \frac{d}{L} \right)^{1/3}; \quad (6)$$

$$\text{gdy: } Re \Pr \left(\frac{d}{L} \right) < 13 \rightarrow Nu = 0,5 Re \Pr \frac{d}{L}. \quad (7)$$

- dla przepływu burzliwego, $Re > 10000$

$$Nu = 0,023 Re^{0,8} Pr^{0,4}, \quad (8)$$

- dla przepływu przejściowego, $2100 < Re < 10000$. Jedną z wielu propozycji wyznaczania współczynnika wnikania ciepła w tym zakresie jest równanie

$$\alpha = \psi \alpha_{\text{burzliwy}}. \quad (9)$$

Wykorzystane w równaniach (6) ÷ (9) wielkości to:

$$\text{- liczba Nusselta dla płynu - } Nu = \frac{\alpha d}{\lambda}; \quad (10)$$

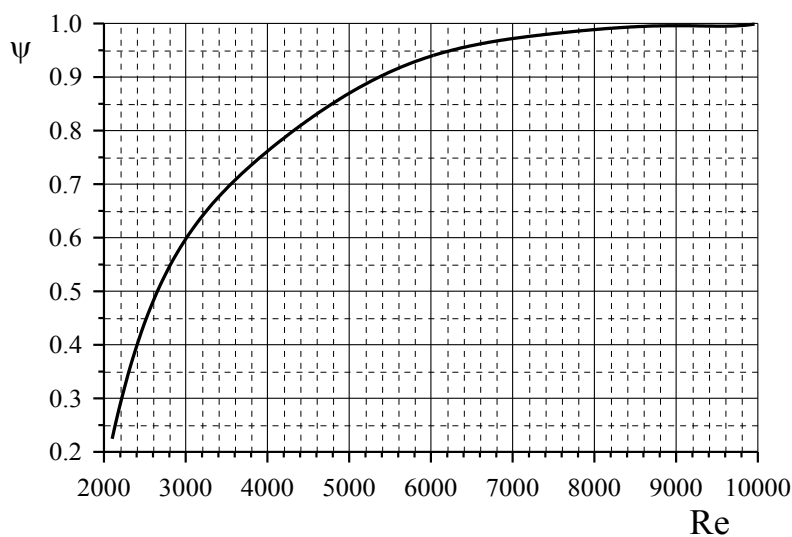
$$\text{- liczba Reynoldsa dla płynu - } Re = \frac{w d \rho}{\eta}; \quad (11)$$

$$\text{- liczba Prandtla dla płynu - } Pr = \frac{c_p \eta}{\lambda}; \quad (12)$$

- ψ - poprawka dla przepływu przejściowego, wyznaczana na podstawie wykresu z rys. 3;

- α_{burzliwy} - współczynnik wnikania ciepła wyznaczony na podstawie

równania (8).



Rys. 3. Wartości poprawki ψ w równaniu (9)

Bilans cieplny rekuperatora można zapisać w ogólnej postaci jako

$$Q = Q_A = Q_B + Q_{str}, \quad (13)$$

gdzie: Q - moc cieplna aparatu, W;

Q_A - strumień ciepła oddawany przez płyn gorący, W;

Q_B - strumień ciepła przyjmowanego przez płyn zimny, W;

Q_{str} - strumień ciepła traconego przez płaszcz rekuperatora do otoczenia, W.

Wykorzystanie wyników pomiarów temperatury na wlocie i wylocie obydwu płynów przekazujących ciepło, przy znajomości ich ciepła właściwego oraz odpowiednich strumieni przepływu, umożliwia bardziej szczegółowy zapis bilansu

$$G_A c_{pA} (T_{1A} - T_{2A}) - G_B c_{pB} (T_{1B} - T_{2B}) - Q_{str} = 0, \quad (14)$$

w którym poszczególne wielkości dotyczące płynu gorącego i zimnego oznaczają:

G - strumień masowy, kg/s;

c_p - średnie ciepło właściwe dla danego przedziału temperatur, J/(kg·K);

T - temperatura, K;

A, B - odpowiednio płyn gorący i zimny;

1, 2 - odpowiednio przekrój wlotowy i wylotowy z aparatu, rys. 2.

Przy znajomości pola powierzchni przepływu ciepła, wyznaczyć można gęstość strumienia ciepła przenikającego przez przegrodę (ścianę)

$$q = \frac{Q}{F}, \quad (15)$$

natomiast współczynnik przenikania ciepła (średni dla całego aparatu) określić należy na podstawie równania (5) przekształconego do postaci

$$k = \frac{Q}{F \Delta T_m} = \frac{q}{\Delta T_m}. \quad (16)$$

Strumień ciepła Q występujący w równaniach (15) i (16) może być wyznaczony na podstawie bilansu cieplnego, przy czym:

- w przypadku gdy płyn gorący przepływa wewnątrz rur $Q = Q_A$;
- w przypadku gdy płyn zimny przepływa wewnątrz rur $Q = Q_B$.

Rozwiązanie konstrukcyjne rekuperatora, zapewniające przepływ płynu gorącego wewnątrz rur, a płynu zimnego w przestrzeni międzyrurowej pomiędzy płaszczem i pęczkiem rur, wpływa między innymi na zmniejszenie strat ciepła od zewnętrznej powierzchni płaszcza do otoczenia. Wartość tych strat można również ograniczyć poprzez stosowanie zewnętrznej izolacji ciepłochronnej.

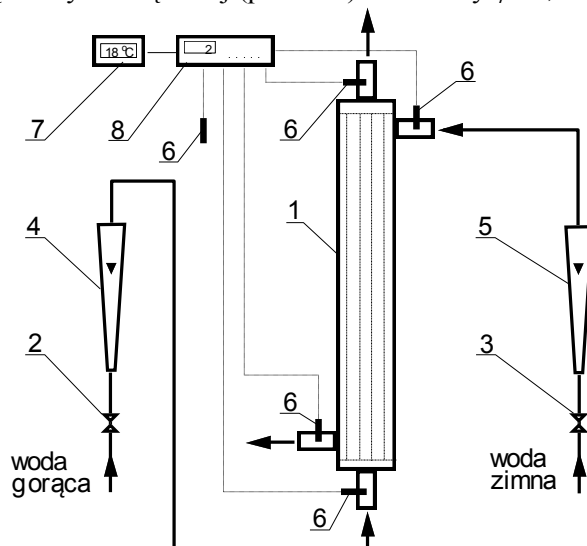
Szczegółowe badania pracy rekuperatorów, oprócz pomiarów cieplnych, mogą obejmować również pomiary hydrauliki przepływu płynów przez obie przestrzenie aparatu; rurową i międzyrurową. Na podstawie tych pomiarów ustala się tzw. charakterystyki hydrauliczne rekuperatora, pozwalające na ocenę wartości oporów przepływu płynów przez rekuperator, a tym samym na określenie zapotrzebowania na energię zużywaną do ich tłoczenia. Znajomość charakterystyk cieplnych i hydraulicznych rekuperatora pozwala na ustalenie wskaźników pracy aparatu niezbędnych dla ekonomicznej oceny ich pracy. Jednym z tych wskaźników jest stosunek mocy cieplnej rekuperatora do zapotrzebowania mocy pomp zasilających aparat. Duża wartość tego wskaźnika wskazuje na efektywną pracę rekuperatora.

Prowadzenie badań rekuperatora od strony hydrauliki przepływu płynów nie jest jednak przedmiotem niniejszego ćwiczenia i dlatego ich przebieg nie zostanie szczegółowo opisany.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 4.

Głównym elementem stanowiska jest jednodrogowy płaszczowo-rurowy rekuperator (1). Aparat ten wykonano z kompozytu wiązkowo-rurowego składającego się z rury zewnętrznej (płaszcza) o średnicy $\phi 38,5 \times 2,5$ mm oraz



Rys. 4. Schemat stanowiska pomiarowego.

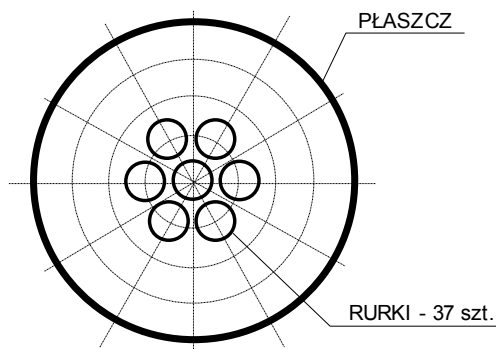
1 - rekuperator, 2,3 - zawory regulacyjne, 4, 5 - rotametry,
6 - termopary, 7 - wyświetlacz cyfrowy, 8 - multiplexer,

zawalcowanej w tej rurze wiązki 37 rur o wymiarze $\phi 4 \times 1$ mm każda. W celu zapewnienia odstępu pomiędzy zawalcowanymi rurami, owinięte są one stalowym drutem dystansowym o odpowiedniej średnicy. Powierzchnia przepływu ciepła wynosi $0,122 \text{ m}^2$, pole przekroju poprzecznego przestrzeni rurowej $0,116 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$, a międzyrurowej $0,469 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$. Płyn grzewczy, który stanowi gorąca woda, przepływa wewnątrz układu rur, ogrzewając zimną wodę płynącą równoległe do osi rekuperatora w przestrzeni międzyrurowej. Strumienie przepływających w przeciwnym kierunku płynów regulowane są zaworami (2) i (3), a mierzone rotametrami (4) i (5). Na króćcach wlotowych i wylotowych wody grzewczej i ogrzewanej zamontowano termopary (6) do pomiaru temperatury wody. Termopary te współpracują z wyświetlaczem cyfrowym (7), do którego podłączone są za pośrednictwem multiplexera (8). Zadaniem multiplexera jest automatyczna zmiana punktów pomiaru temperatury wskazywanej przez wyświetlacz (7). Z 32 wejść multiplexera wykorzystane zostało jedynie 5 o numerach $0 \div 4$, przy czym poszczególne wejścia przyrządu odpowiadają następującym punktom pomiaru temperatury:

- nr 0 - temperatura otoczenia,

- nr 1 - temperatura wody grzejącej na wlocie do aparatu,
- nr 2 - temperatura wody grzejącej na wylocie z aparatu,
- nr 3 - temperatura wody ogrzewanej na wlocie do aparatu,
- nr 4 - temperatura wody ogrzewanej na wylocie z aparatu.

Oba płyny po przejściu przez rekuperator odprowadzane są do kanalizacji. Współśrodkowe rozmieszczenie rur wewnątrz płaszcza pokazano w przekroju na rys. 5.



Rys. 5. Rozmieszczenie rur wewnątrz płaszcza badanego rekuperatora

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia badań cieplnych rekuperatora należy:

- włączyć zasilanie wymiennika wodą grzejącą i ogrzewaną;
- włączyć multiplekser i cyfrowy wyświetlacz temperatury;
- w razie potrzeby dokonać korekty wyboru aktywnych kanałów multipleksera (od 0 do 4);
- obserwując wskazania rotametu wody ogrzewanej, ustawić zaworem regulacyjnym jej strumień w połowie zakresu pomiarowego;
- kontrolując rotametrem wartość strumienia wody grzejącej, ustawić go na początku zakresu pomiarowego;
- po ustabilizowaniu się warunków temperaturowych w rekuperatorze, co sygnalizowane jest stałością temperatury wody na wypływie z aparatu, dokonać odczytu temperatury oraz strumienia wody grzejącej i ogrzewanej;
- utrzymując strumień wody ogrzewanej na stałym poziomie (w połowie zakresu pomiarowego rotametu), zwiększać strumień wody grzejącej wg przyjętego kroku, dokonując każdorazowo odczytu wskazań przyrządów pomiarowych, po ustabilizowaniu się temperatury wody na wypływie;
- wyniki każdorazowo notować w tabeli;
- po wyczerpaniu się możliwości zmian strumienia wody grzejącej, ustawić

- jego wartość w połowie zakresu pomiarowego rotametu i powtórzyć czynności wg pkt. e)÷h) w odniesieniu do wody ogrzewanej;
- j) po zakończeniu pomiarów zamknąć dopływ wody do rekuperatora oraz wyłączyć zasilanie układu do pomiaru temperatury.

Badanie cieplne rekuperatora płaszczowo-rurowego					
Płyny robocze: grzejny - woda, ogrzewany - woda					
Średnica płaszcz: ϕ 38,5x2,5 mm					
Liczba i średnica rur: 37 szt. , ϕ 4x1 mm.					
Temperatura otoczenia: nr 0 °C					
Powierzchnia przepływu ciepła: 0,122 m ²					
Pole przekroju wewnętrznego wiązki rur: 116,2 · 10 ⁻⁶ m ²					
Pole przekroju przestrzeni międzyrurowej: 416,4 · 10 ⁻⁶ m ²					
Strumień wody grzejnej	Strumień wody ogrzewanej	Temperatura			
		Woda grzejna, A		Woda ogrzewana, B	
		Wlot - nr 1	Wylot - nr 2	Wlot - nr 3	Wylot - nr 4
l/h	l/h	°C	°C	°C	°C
50	125				
100	125				
....				

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW POMIARÓW

1. Na podstawie równań (13) i (14) wyznaczyć zmierzoną moc cieplną rekuperatora dla różnych strumieni płynów przekazujących ciepło.
2. Wyniki obliczeń uzyskanych w pkt.1 przedstawić w formie wykresów $Q=f(V_A)$ przy $V_B = \text{const}$ oraz $Q=f(V_B)$ przy $V_A = \text{const}$.
3. Wykorzystując zależność (16), wyznaczyć wartości zmierzonego współczynnika przenikania ciepła dla różnych strumieni płynów.
4. Wyniki obliczeń uzyskanych w pkt. 3 przedstawić na wykresach $k=f(V_A)$ przy $V_B = \text{const}$ oraz $k=f(V_B)$ przy $V_A = \text{const}$.
5. Na podstawie równań (6÷12), obliczyć w sposób analityczny średnią wartości współczynnika przenikania ciepła dla poszczególnych punktów pomiarowych oraz porównać otrzymane wartości w wynikami eksperymentalnymi otrzymanymi w pkt. 4. Opór cieplny osadu zaczerpnąć z literatury, np. [1].
6. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, Skrypt PO nr 186 Opole 1996
- [2] HOBLER T.: Ruch ciepła i wymienniki, WNT W-wa 1986
- [3] Praca zbiorowa, Pomiary cieplne, Cz. II, WNT W-wa 1993

7. TEMATYKA ZAGADNIENÍ KONTROLNYCH

1. Rodzaje aparatów do przekazywania ciepła.
2. Mechanizm przenikania ciepła przez przegrodę (ścianę).
3. Sposoby prowadzenia płynów w rekuperatorach i odpowiadający im rozkład temperatury.
4. Bilans cieplny rekuperatora.
5. Średnie i lokalne wartości współczynnika przenikania ciepła oraz średnie i lokalne różnice temperatury pomiędzy płynami przekazującymi ciepło w rekuperatorze.

Ćwiczenie 5:

RUCH CIEPŁA PODCZAS KONDENSACJI NASYCONEJ PARY WODNEJ

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest ocena przebiegu procesu kondensacji nasyconej pary wodnej na zewnętrznej powierzchni chłodzonych poziomych rur o różnej geometrii.

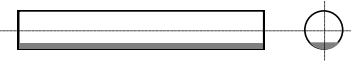
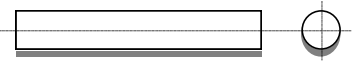
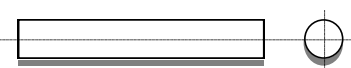
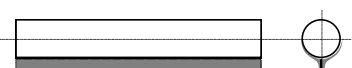



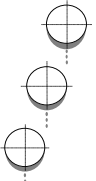
2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Do kondensacji (czyli skraplania) pary podczas jej kontaktu z zimną powierzchnią dochodzi w przypadku, gdy temperatura tej powierzchni (ściany) jest mniejsza od temperatury nasycenia pary dla danego ciśnienia. Przemiana fazowa pary w ciecz jest możliwa dzięki odbieraniu przez chłodną ścianę ciepła kondensacji. W celu uniknięcia akumulacji ciepła w samej ścianie, jej druga strona jest zwykle kontaktowana z zimnym płynem chłodzącym. W aparacie przeponowym, w którym zachodzi kondensacja (tzw. kondensatorze lub skraplaczu) ciepło przenoszone jest na drodze przenikania. Mechanizm ruchu ciepła pomiędzy rdzeniem fazy parowej i ścianą jest jednak w tym przypadku inny niż podczas przepływu ciepła pomiędzy gazami lub parą przegrzaną a chłodniejszą powierzchnią omywaną przez te płyny. W procesie kondensacji cząstki pary nie tylko są unoszone ku ścianie wirami konwekcji burzliwej, ale wytwarza się jednokierunkowy ruch cząstek ku ścianie spowodowany tym, że w jej bezpośrednim sąsiedztwie następuje skraplanie pary, a zatem gwałtowne zmniejszenie objętości. Skroplona część pary nie wraca do rdzenia pary, tylko pozostaje na ścianie, a na jej miejsce dopływa para świeża. Im ściana jest zimniejsza, tym wydajniejsze jest skraplanie i tym intensywniejszy ruch cząstek. Taki sposób transportu ciepła od rdzenia pary ku ścianie powoduje, że wpływ wirów burzliwego przepływu pary na transport ciepła odgrywa mniejszą rolę i może być najczęściej w ogóle pominięty. W bezpośrednim sąsiedztwie ściany, ruch ciepła napotyka na opory związane z obecnością wytworzonej na jej powierzchni warstwy skroplin. Przenoszenie ciepła przez tę warstwę zależy zarówno od jej współczynnika przewodzenia ciepła, jak i od jej grubości.

Wpływ prędkości przepływu pary na grubości ciekłej warstwy skroplin jest stosunkowo niewielki, gdyż lepkość pary jest dużo mniejsza od lepkości kondensatu, a zatem siła tarcia na granicy faz po stronie pary jest znacznie mniejsza od siły bezwładności kondensatu. Istotne zmniejszenie się grubości warstewki cieczy na powierzchni ściany, na skutek dynamicznego oddziaływania strumienia pary, objawiać się może dopiero przy jej bardzo dużej prędkości przepływu. W zakresie małej prędkości przepływu pary, bardziej istotnym zagadnieniem, wpływającym na grubość warstewki kondensatu, jest geometria i usytuowanie powierzchni chłodzącej, tabela 1.

Tabela 1

Przykłady rozwiązań konstrukcyjnych powierzchni chłodzących w kondensatorach

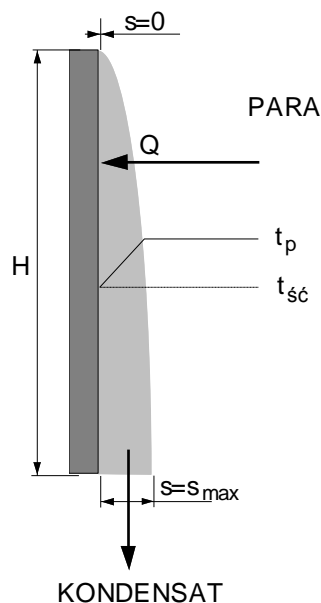
Rodzaj powierzchni	Rozwiązanie konstrukcyjne	
	mniej korzystne	bardziej korzystne
rura pozioma	 kondensacja wewnątrz rury	 kondensacja na zewnątrz rury
	 gładka	 z pletwą zbierającą skropliny
ściana pionowa	 długa	 krótka
układ rur poziomych		

	nieprzestawny	przestawny
--	---------------	------------

Dobremu odprowadzaniu kropli z powierzchni ściany, a tym samym małej grubości warstwy kondensatu o stosunkowo dużym oporze cieplnym, sprzyjają określone rozwiązania konstrukcyjne powierzchni, na której wytwarzają się kropliny. Ogólnie, do rozwiązań tych można zaliczyć:

- pionowe ukierunkowanie ruchu kropli;
- prowadzenie procesu na zewnętrznej powierzchni rur poziomych;
- mała wysokość ścian pionowych;
- przestawne rozmieszczenia układu rur poziomych;
- stosowanie płetw zbierających kondensat z powierzchni rur poziomych;
- stosowanie blach ukierunkowujących przepływ kondensatu wewnątrz skraplacza.

Spływ kropli w określonym miejscu zimnej ściany lub rury może mieć charakter uwarstwiony lub burzliwy. Grubość warstwy kropli narasta na drodze ich spływu od zera do pewnej wartości maksymalnej, a zatem jest różna na rozmaitych wysokościach ściany, rys 2.



Rys. 2. Schemat ilustrujący spływ grawitacyjny kondensatu po pionowej ścianie

Charakter spływu zależy od grubości warstwy skroplin, ale jego burzliwość może wystąpić tylko w warstwach grubszych. Prawie zawsze spływ skroplin wzdłuż całej powierzchni ma charakter uwarstwiony, bowiem warstwa kondensatu jest bardzo cienka.

W trakcie przebiegu procesu kondensacji, przepływ ciepła pomiędzy parą i powierzchnią chłodzącą jest bardzo intensywny. Świadczyć o tym mogą praktycznie uzyskiwane wartości współczynnika wnikania ciepła, równe kilka lub kilkanaście kilowatów na metr kwadratowy powierzchni kondensacji pary, przy jednostkowej różnicy temperatury pomiędzy parą i chłodną ścianą. Jak wynika z danych literaturowych, współczynnik wnikania ciepła podczas kondensacji jest funkcją wielu parametrów, charakteryzujących nie kondensującą się parę lecz powstający kondensat. Ogólnie można zapisać, że

$$\alpha_k = f(\Delta t, r, \eta_k, \lambda_k, \rho_k, l_1, l_2, g)$$

gdzie: α_k - współczynnik wnikania ciepła podczas kondensacji, W/(m²·K);

Δt - różnica pomiędzy temperaturą zewnętrzną powierzchni warstwy kondensatu (przyjmowaną jako równą temperaturze pary nasyconej) a temperaturą ściany, K;

r - ciepło przemiany fazowej (ciepło skraplania), J/kg;

η_k - współczynnik dynamiczny lepkości kondensatu, Pa·s;

λ_k - współczynnik przewodzenia ciepła kondensatu, W/(m·K);

ρ_k - gęstość kondensatu, kg/m³;

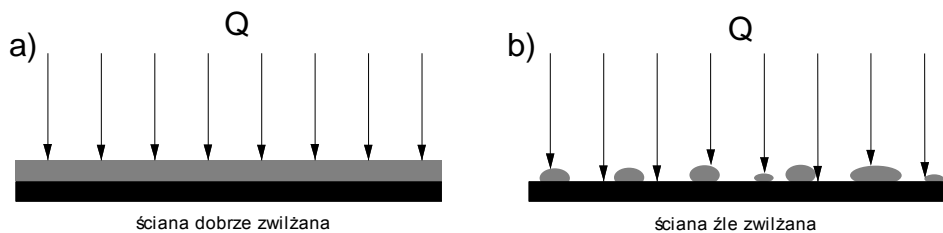
l_1, l_2 - podłużny i poprzeczny wymiar charakterystyczny warstwy skroplin, m;

g - przyspieszenie ziemskie, m/s².

W celu intensyfikacji przepływu ciepła podczas kondensacji, a tym samym zwiększenia ilości otrzymywanych skroplin, niekiedy rozwija się powierzchnię chłodzącą poprzez zaopatrzenie jej w żebra. W odniesieniu do powierzchni pionowych wykonuje się ożebrowanie wzdłużne; rury poziome wyposaża się natomiast w żebra poprzeczne. Aczkolwiek zwiększenie ożebrowania wpływa korzystnie na wydajność procesu kondensacji, to jednak należy pamiętać, że stosowanie wysokich żeber rozmieszczonych z małą podziałką sprzyja gromadzeniu się skroplin w przestrzeniach pomiędzy żebrami, a tym samym utrudniać przepływ ciepła przez warstwę kondensatu o stosunkowo dużej grubości.

O przebiegu kondensacji decyduje także zawartość w parze składników niekondensujących się (inertnych). Ich obecność powoduje wzrost zwiększenie dyfuzji cząstek pary w kierunku powierzchni skraplania, a tym samym wpływa hamująco na ilość wytwarzanych skroplin.

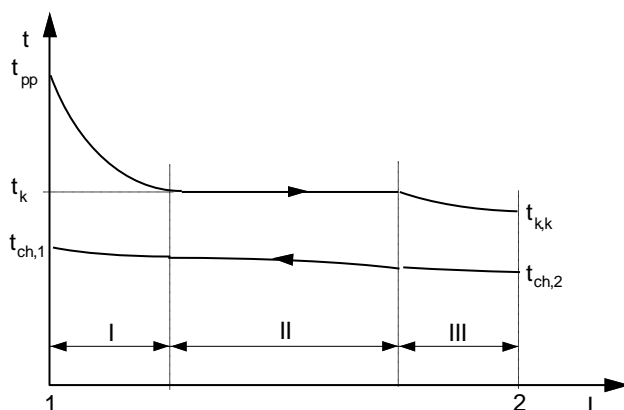
Intensywność przepływu ciepła podczas skraplania zależy również od chropowatości powierzchni chłodzącej i jej zwilżalności przez kondensat. Jeżeli powierzchnia ta jest słabo zwilżana przez skroploną na niej ciecz, to w miejsce kondensacji błonowej pojawi się tzw. kondensacja perlista, charakteryzująca się tym, że skropliny zamiast warstewki tworzą odosobnione krople. Ponieważ w takim przypadku, pewna część powierzchni skraplającej nie jest pokryta warstwą kondensatu, opory ruchu ciepła w tych miejscach są małe, gdyż odbiór ciepła zachodzi na powierzchni samej ściany, a nie na powierzchni warstwy skroplin. Przypadek ten obrazuje schemat przedstawiony na rys. 3.



Rys. 3. Schemat procesu kondensacji a) błonowej; b) perlistej.

W przypadku kondensacji perlistej, współczynnik wnikania ciepła przyjmuje bardzo duże wartości, rzędu $\sim 10 \text{ kW}/(\text{m}^2\text{K})$. Z tego względu, kondensację perlistą wywołuje się niekiedy celowo pokrywając powierzchnię wykraplania substancjami zmieniającymi napięcie międzyfazowe na granicy ciało stałe-ciecz-para.

Analizując przebieg procesu kondensacji pary przegrzanej lub dochładzanie otrzymanych skroplin, należy pamiętać o wzięciu pod uwagę typowo konwekcyjnego przepływu ciepła pomiędzy płynem a ścianą w zakresach temperatury odmiennych od temperatury nasycenia danej substancji pod określonym ciśnieniem. Na rys. 4 przedstawiono rozkład temperatury płynów w



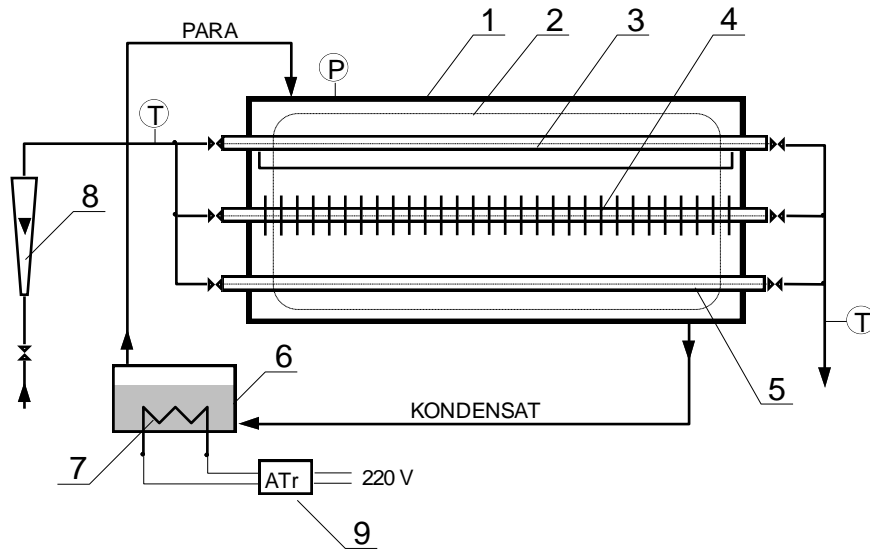
Rys. 4. Rozkład temperatury w przeponowym przeciwpądowym skraplaczu pary przegrzanej z dochładzaniem kondensatu.

t_{pp} - temperatura wlotowa pary przegrzanej, t_k - temperatura kondensacji,
 $t_{k,k}$ - temperatura końcowa kondensatu, $t_{ch,1,2}$ - temperatura płynu chłodzącego.

przeciwpądowym skraplaczu w którym zachodzi ochładzanie pary przegrzanej do temperatury kondensacji, skraplanie pary nasyconej i dalsze ochładzanie powstałego kondensatu. Zgodnie z zakresami zaznaczonymi na rys. 4, mechanizm wnikania ciepła charakterystyczny dla procesu kondensacji obowiązuje jedynie w strefie II skraplacza, natomiast w strefach I i III wnikanie ciepła obejmuje przypadek typowej konwekcji wymuszonej w parze lub w cieczy.

3. OPIS STANOWISKA BADAWCZEGO

Schemat stanowiska laboratoryjnego do badań przebiegu procesu kondensacji przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Schemat stanowiska badawczego

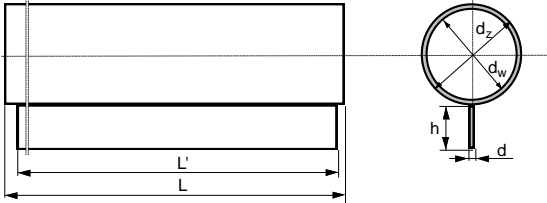
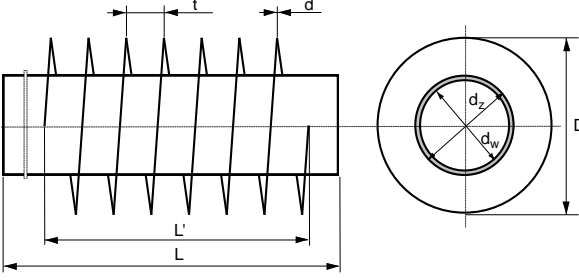
1 - komora kondensacyjna, 2 - wziernik, 3 - rura gładka z płetwą, 4 - rura ożebrowana, 5 - rura gładka, 6 - wytwornica pary, 7 - grzałka elektryczna, 8 - rotametr, 9 - autotransformator, T - termometr, P - manometr.

Głównym elementem tego stanowiska jest komora kondensacyjna (1), zaizolowana cieplnie oraz zaopatrzona w wykonany z plexi wziernik (2), pozwalający na obserwację przebiegu tworzenia się kropli. W komorze tej zainstalowano trzy poziome rury o różnej geometrii, na których zewnętrznej powierzchni prowadzony jest proces kondensacji. Schematy i wymiary rur

Tabela 2

Wymiary rur skraplacza laboratoryjnego

Rodzaj rury	Schemat	Wymiary, mm
gładka		$L = 530$ $d_z = 33,5$ $d_w = 29,5$

z płetwą		$L = 530$ $L' = 475$ $d_z = 33,5$ $d_w = 29,5$ $h = 25$ $\delta = 3,5$
ożebrowana		$L = 530$ $L' = 470$ $d_z = 28$ $d_w = 24$ $D = 57,5$ $t = 4,5$ $\delta = 0,5$

przedstawiono w tabeli 2. Źródłem nasyconej pary wodnej jest wytwornica pary (6) z grzałką elektryczną (7) o regulowanej mocy. Kondensat, po spłynięciu z powierzchni rur chłodzących, zbiera się w dolnej części komory i jest grawitacyjnie odprowadzany do wytwornicy pary. Jako płyn chłodzący przepływający przez wnętrze rur skraplacza, wykorzystywane mogą być: woda wodociągowa lub sprężone powietrze z sieci. Wartość strumienia substancji chłodzącej wewnętrzne powierzchnie rur, wskazywana jest przez rotametr 8. Rotametr ten wyposażono w wymienny komplet rur pomiarowych, wycechowanych w jednostkach strumienia określonego płynu (wody lub powietrza). Temperatura na wlocie i wylocie płynu odbierającego ciepło z poszczególnych rur skraplacza mierzona jest termometrami rtęciowymi, których końcówki wprowadzono do wnętrza przewodów. Układ zaworów odcinających pozwala na prowadzenie procesu kondensacji na powierzchni wybranej rury o określonej geometrii. Do pomiaru ciśnienia w komorze skraplania, a tym samym do określenia parametrów nasyconej pary wodnej, wykorzystywany jest manometr sprężynowy P. W celu minimalizacji strat ciepła do otoczenia, poszczególne elementy stanowiska zaizolowano warstwą ciepłochronnej pianki poliuretanowej.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia oceny przebiegu procesu kondensacji na zewnętrznej powierzchni poziomych rur o różnej geometrii należy:

- a) sprawdzić poziom wody w wytwornicy pary i ewentualnie dokonać jej uzupełnienia;
- b) włączyć grzałkę wytwornicy pary i doprowadzić wodę do stanu wrzenia;
- c) w trakcie grzania sterować moc grzałki autotransformatorem;
- d) proces wytwarzania nasyconej pary wodnej w wytwornicy powinien być prowadzony pod ciśnieniem atmosferycznym. Kontrolę nadciśnienia umożliwia manometr zamontowany na komorze kondensacyjnej;
- e) przed osiągnięciem stanu wrzenia wody w wytwornicy włączyć obieg płynu chłodzącego, ustalając wartość jego strumienia w połowie zakresu pomiarowego rotametry;
- f) wykorzystując zawory odcinające wymusić przepływ płynu chłodzącego przez wnętrze rury gładkiej;
- g) od chwili pojawienia się pierwszych kropeł cieczy na powierzchni chłodzącej gładkiej rury, odczekać ok. 15 min w celu termicznej stabilizacji stanowiska badawczego;
- h) w międzyczasie należy tak regulować moc grzałki wytwornicy pary, ażeby ciśnienie w komorze było zbliżone do ciśnienia atmosferycznego i stałe;
- i) po zakończeniu okresu stabilizacji termicznej stanowiska, dokonać odczytu (kontrolowanej uprzednio w sposób ciągły) wartości strumienia płynu chłodzącego, a także jego temperatury na wlocie i wylocie z rury chłodzącej;
- j) przeprowadzić wzrokową ocenę przebiegu wykraplania się kondensatu na powierzchni rury (stopień pokrycia jej skroplinami, warunki spływania kondensatu z rury, itp.);
- k) wyniki obserwacji i pomiarów zanotować w tabeli.
- l) powtórzyć czynności wg pkt. f) ÷ j) w odniesieniu do dwóch pozostałych rur, zachowując taki sam strumień płynu chłodzącego;
- m) po zakończeniu pomiarów wyłączyć zasilanie grzałki elektrycznej w wytwornicy pary oraz odciąć dopływ płynów chłodzących do wnętrza rur komory kondensacyjnej;
- n) po spłynięciu całej ilości kondensatu z wnętrza komory kondensacyjnej do wytwornicy pary, uzupełnić ewentualne ubytki wody.

Kondensacja pary wodnej nasyconej

Rodzaj kondensującej się pary: nasycona para wodna

Powierzchnia chłodząca:

- rura gładka; - rura gładka z pletwą; - rura ożebrowana

Rodzaj płynu chłodzącego :

Strumień płynu chłodzącego:l/h

Temperatura płynu	Ciśnienie	Opis przebiegu

Powierzchnia chłodząca	chłodzącego		pary nasyconej kPa	powstawania i odbioru kondensatu
	włot °C	wylot °C		
rura gładka				
rura z płetwą				
rura ożebrowana				

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Sporządzić bilanse cieplne dla płynu chłodzącego dla każdej rury skraplacza. W tym celu wykorzystać równanie

$$Q = G_{ch} c_p (t_{wyl} - t_{wl}),$$

gdzie: Q - strumień ciepła pobieranego przez płyn chłodzący, W;

G_{ch} - strumień masowy płynu chłodzącego, kg/s;

c_p - średnie ciepło właściwe płynu chłodzącego, J/(kg·K);

t_{wyl} - temperatura wylotowa płynu chłodzącego, °C;

t_{wl} - temperatura wlotowa płynu chłodzącego, °C.

2. Zakładając, że kondensująca się para była parą suchą, określić strumień kondensatu wytwarzającego się na powierzchni każdej z rur, wykorzystując zależność

$$G_k = \frac{Q}{r},$$

gdzie: G_k - strumień masowy kondensatu, kg/s;

r - ciepło skraplania nasyconej pary wodnej w warunkach odpowiadających ciśnieniu w komorze, J/kg;

3. Odnieść wartość strumienia powstającego kondensatu do wielkości powierzchni zewnętrznej rury na której on się wytwarzał.
4. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia z uwzględnieniem wzrokowej oceny przebiegu procesu wykraplania prowadzonej w trakcie pomiarów.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

[1] HOBLER T.: Ruch ciepła i wymienniki, WNT, W-wa 1986

[2] MADEJSKI J.: Teoria wymiany ciepła, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Szczecińskiej, Szczecin 1998

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Mechanizm kondensacji pary na zimnych powierzchniach.
2. Spływ grawitacyjny warstwy cieczy po powierzchni pionowej.
3. Zasady konstruowania powierzchni chłodzących w skraplaczach.
4. Wpływ obecności gazów niekondensujących się na przebieg skraplania pary.
5. Sposoby i zasady prowadzenia ogrzewania parowego w aparaturze procesowej.

Ćwiczenie 6:

PRZEPŁYW CIEPŁA W ZBIORNIKOWYM MIESZALNIKU CIECZY

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się ze sposobami ogrzewania lub chłodzenia cieczy w aparatach zbiornikowych oraz określenie wpływu intensywności mieszania cieczy w mieszalniku z mieszadłem mechanicznym na intensywność przepływu ciepła.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Wiele procesów prowadzonych w różnego typu aparatach zbiornikowych wymaga dostarczania lub odbioru określonej ilości ciepła. Ciepło to wydziela się samorzutnie w efekcie przebiegu reakcji egzotermicznych lub też musi być dostarczane do przestrzeni reakcyjnej aparatu w celu podtrzymania reakcji endotermicznych. Regulacja temperatury płynu wewnątrz aparatu ułatwia również przebieg niektórych operacji mechanicznych. Jednym z przykładów takich operacji może być mieszanie cieczy, past lub zawiesin w mieszalnikach zbiornikowych z mieszadłem mechanicznym. Proces mieszania przyspiesza również przebieg reakcji chemicznych prowadzonych w reaktorach zbiornikowych.

Znanych jest wiele odmian konstrukcyjnych mieszalników typu zbiornikowego. Różnorodność ta wynika ze zróżnicowanego kształtu zbiorników i samych mieszadeł, które mogą być w nich zainstalowane.

Podział mieszadeł zależy od przyjętego kryterium podziału. Ze względu na częstość obrotów wyróżnia się mieszadła:

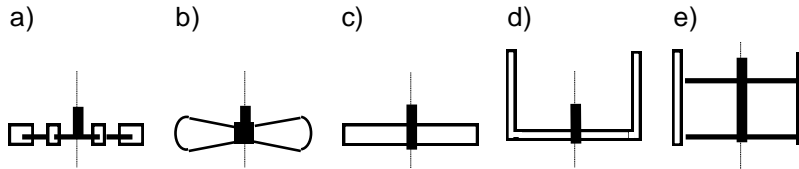
- wolnoobrotowe - przeznaczone zwykle do mieszania cieczy o dużej lepkości;
- szybkoobrotowe - stosowane do mieszania cieczy małowiskozych;

Bardziej obszerny podział mieszadeł związany jest z ich konstrukcją. Ze względu na to kryterium wyróżnić można mieszadła:

- turbinowe;
- śmigłowe;

- łapowe;
- kotwicowe;
- ramowe;
- o konstrukcji specjalnej.

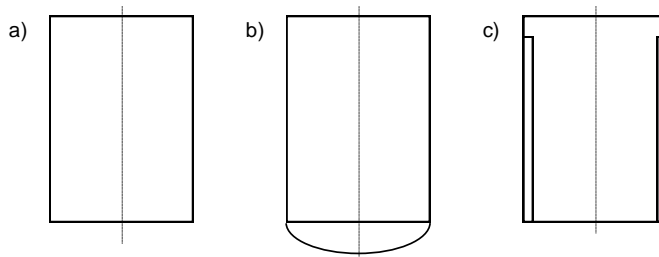
Kształt typowych mieszadeł przedstawiono na rys.1.



Rys.1. Kształt typowych mieszadeł

a) turbinowe, b) śmigłowe, c) łapowe, d) kotwicowe, e) ramowe

Drugim z zasadniczych elementów mieszalnika jest sam zbiornik. Stanowi go zwykle pionowy element cylindryczny zamknięty od dołu dnem płaskim lub elipsoidalnym. Zbiorniki mieszalników wyposaża się niekiedy w przegrody rozmieszczone na ich wewnętrznym obwodzie. Przegrody te ograniczają możliwość swobodnego wirowania cieczy w zbiorniku pod wpływem ruchu obrotowego mieszadła, a tym samym poprawiają efektywność procesu mieszania. Kształt typowych zbiorników mieszalników przedstawiono na rys.2.



Rys.2. Typowe zbiorniki mieszalników mechanicznych

a) zbiornik cylindryczny z dnem płaskim;
 b) zbiornik cylindryczny z dnem elipsoidalnym;
 c) zbiornik cylindryczny z dnem płaskim i przegrodami.

Przebieg zjawisk zachodzących w mieszalniku o określonym kształcie mieszadła i zbiornika, zależy w dużym stopniu od charakterystycznych stosunków wymiarowych układu. Należą do nich:

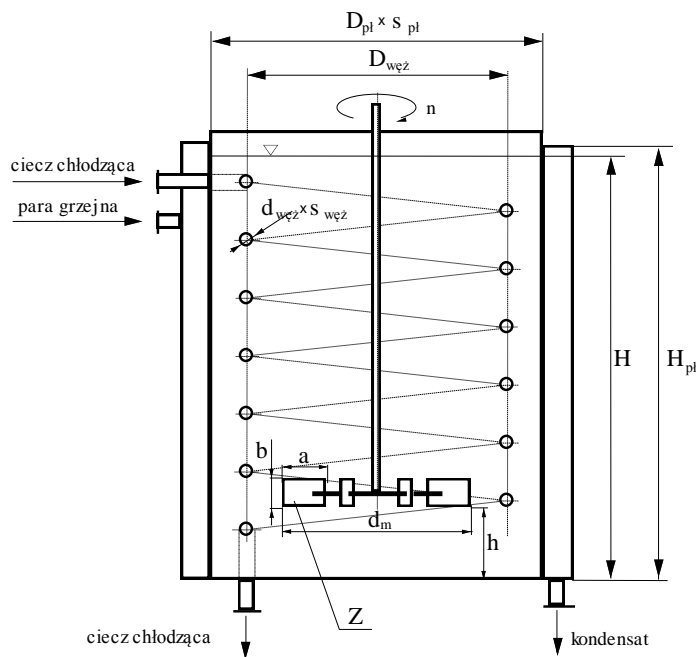
- stosunek średnicy zbiornika do średnicy mieszadła;
- stosunek odległości mieszadła od dna zbiornika do średnicy mieszadła;
- stosunek wysokości mieszadła do jego średnicy;
- stosunek średnicy zbiornika do wysokości napełnienia go cieczą;

- stosunek szerokości przegród do średnicy zbiornika.

Nie bez znaczenia pozostaje również:

- liczba łopatek mieszadła;
- liczba przegród w zbiorniku;
- prędkość obrotowa mieszadła;
- ustawienie mieszadła względem osi zbiornika;
- temperatura cieczy, a tym samym jej właściwości fizyczne.

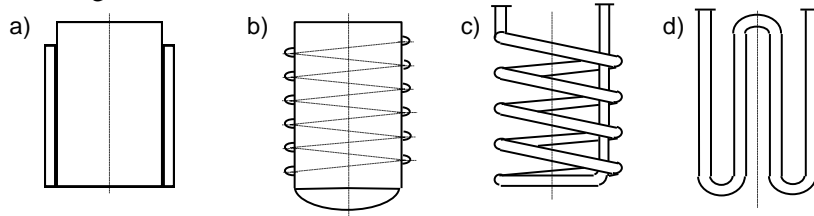
Podstawowe wymiary mieszalnika z dnem płaskim i mieszadłem turbinowym przedstawiono na rys.3.



Rys. 3. Podstawowe charakterystyczne wymiary mieszalnika z dnem płaskim, płaszczem grzejnym i wężownicą chłodzącą

Przepływ ciepła w mieszalniku może się odbywać poprzez płaszcz grzejny (chłodzący) lub też poprzez wężownicę zanurzoną w cieczy mieszanej. W pewnych przypadkach stosuje się obydwa sposoby przepływu ciepła. Może to być podyktowane koniecznością intensywnego grzania (lub chłodzenia) mieszanej cieczy, bądź też np. płaszcz służy do grzania, a wężownica do chłodzenia (lub na odwrót), jeżeli oba te etapy przepływu ciepła są realizowane kolejno po sobie.

Na rys.4. przedstawiono przykładowe rozwiązania konstrukcyjne powierzchni grzejnych (chłodzących) stosowanych w mieszalnikach typu zbiornikowego.



Rys. 4. Przykładowe rozwiązania konstrukcyjne powierzchni grzejnych (chłodzących) w mieszalnikach zbiornikowych

a) płaszcz zwykły, b) płaszcz z półrur, c) wężownica spiralna, d) wężownica pionowa

W przypadku wykorzystania nasyconej pary wodnej jako nośnika ciepła w układach grzewczych, bardziej celowym jest stosowanie układu ogrzewania wykonanego w postaci płaszcza zwykłego. Doprowadzana od góry płaszcz para ulega kondensacji na zewnętrznej pionowej powierzchni zbiornika, co ułatwia jej grawitacyjny spływ i odbiór u dołu płaszcza. Ułatwiony ruch kondensatu po pionowej ścianie, powoduje intensyfikację przepływu ciepła.

Układy grzewcze wykonane w postaci wężownicy lub płaszcza z półrur lub kształtowników, powinny być natomiast stosowane w odniesieniu do płynów nie zmieniających swojego stanu skupienia w trakcie przepływu przez aparat. Dobre warunki dla wnikania ciepła po wewnętrznej stronie rury wężownicy można bowiem osiągać przy stosunkowo dużej prędkości przepływu płynu grzewczego. Prędkość tę można ustalić na drodze odpowiednio dobranej średnicy rury z której wężownica jest wykonana.

Powierzchnie chłodzące mieszalników prawie z reguły wykonuje się w postaci wężownic przez które tłoczony jest płyn pobierający ciepło, gdyż proces kondensacji pary w wężownicach przebiega mało efektywnie, a prędkość przepływu płynów w płaszczach zwykłych, ze względu na ich duże pole przekroju poprzecznego, jest niewielka.

Wnikanie ciepła w mieszalnikach jest bardziej złożone niż w przypadku rekuperatorów rurowych, a to ze względu na bardziej złożone warunki hydrodynamiczne, jakie panują w mieszalniku. Współczynnik wnikania ciepła w mieszalniku jest różny w zależności od miejsca na powierzchni przepływu ciepła, np. w przypadku mieszadeł turbinowych, dających promieniowy przepływ cieczy, najbardziej intensywny przepływ ciepła zachodzi na wysokości zawieszenia mieszadła. Dla obliczeń konstrukcyjnych mieszalnika, największe znaczenie mają wartości średniego współczynnika wnikania ciepła obowiązujące dla całego aparatu. Określenie wartości tego współczynnika

umożliwiają podawane w literaturze, np. [1], równania empiryczne, często obowiązujące dla konkretnych rozwiązań konstrukcyjnych mieszalników.

Dla wykorzystywanego w opisywanym ćwiczeniu mieszalnika z mieszadłem turbinowym o łopatkach prostych i dnem płaskim, nie zaopatrzonego w przegrody, wnikanie ciepła od płaszcza zwykłego wykonanego na części cylindrycznej zbiornika, do cieczy mieszanej, może być opisane równaniem

$$\text{Nu}_{\text{pł}} = 0,54 \text{Re}^{0,67} \text{Pr}^{0,33} \Omega \left(\frac{\eta_c}{\eta_{c,\dot{s}c}} \right)^{0,14}, \quad (1)$$

w którym bezwymiarowe liczby podobieństwa zdefiniowane są następująco

$$\text{Nu}_{\text{pł}} = \frac{\alpha_{\text{pł}} D_{\text{pł}}}{\lambda_c}, \quad (2)$$

$$\text{Pr} = \frac{c_{p,c} \eta_c}{\lambda_c}, \quad (3)$$

$$\text{Re} = \frac{n d_m^2 \rho_c}{\eta_c}, \quad (4)$$

$$\Omega = \left(\frac{D_{\text{pł}}}{d_m} \right)^{0,25} \left(\frac{b}{D_{\text{pł}}} \right)^{0,15} \left(\frac{h}{H} Z \right)^{0,15}. \quad (5)$$

Symbole występujące w równaniach (1)÷(5) oznaczają:

η_c - współczynnika dynamiczny lepkości cieczy, Pa·s;

$\eta_{c,\dot{s}c}$ - współczynnika dynamiczny lepkości cieczy w temperaturze ściany, Pa·s;

$\alpha_{\text{pł}}$ - współczynnik wnikania ciepła do cieczy w zbiorniku, W/(m²·K);

λ_c - współczynnik przewodzenia ciepła cieczy, W/(m·K);

$c_{p,c}$ - ciepło właściwe cieczy, J/(kg·K);

ρ_c - gęstość cieczy, kg/m³;

n - prędkość obrotowa mieszadła, 1/s;

$D_{\text{pł}}$, d_m , b , h , H , - wymiary wg oznaczeń z rys. 3;

Z - liczba łopatek.

Natomiast dla węzownicy zanurzonej we wnętrzu takiego mieszalnika, równanie opisujące proces wnikania ciepła może być zapisane w postaci

$$\text{Nu}_{\text{węz}} = 0,036 \text{Re}^{0,641} \text{Pr}^{0,353} \left(\frac{h_c}{h_{c,\dot{s}c}} \right)^{0,2} \left(\frac{D_{\text{pł}}}{D_{\text{węz}}} \right)^{0,375}. \quad (6)$$

Liczby podobieństwa w równaniu (6) zdefiniowane są następująco

$$\text{Nu}_{\text{węż}} = \frac{\alpha_{\text{węż}} d_{\text{węż}}}{\lambda_c}, \quad (7)$$

$$\text{Re} = \frac{n d_m^2 \rho_c}{\eta_c}, \quad (8)$$

$$\text{Pr} = \frac{c_{p,c} \eta_c}{\lambda_c}. \quad (9)$$

Poszczególne parametry występujące w równaniach (6)÷(9) są adekwatne do parametrów ujętych w równaniach (1)÷(5).

Do pomiaru współczynnika wnikania ciepła w ogrzewanych aparatach zbiornikowych stosuje się różne metody pomiarowe, realizowane w procesie ustalonego lub też nieustalonego ruchu ciepła.

Pomiary prowadzone w procesie ustalonym, w którym temperatura poszczególnych punktów układu nie ulega zmianie w czasie, mogą być przebiegać na drodze:

- równoczesnego grzania i chłodzenia cieczy w aparacie, przy wykorzystaniu płaszczu i wężownicy lub dwóch wężownic;
- grzania (chłodzenia) płaszczem albo wężownicą z jednoczesnym ciągłym przepływem cieczy mieszanej przez mieszalnik.

Pomiary współczynnika wnikania ciepła prowadzone w procesie nieustalonym, polegają na okresowym ogrzewaniu lub ochładzaniu cieczy w mieszalniku, z jednoczesnym pomiarem zmian temperatury mieszanej cieczy w czasie.

W opisywanym, ćwiczeniu, do wyznaczenia współczynnika wnikania ciepła wykorzystuje się pomiary prowadzone w warunkach ustalonych przy jednoczesnym ogrzewaniu cieczy w mieszalniku płaszczem grzejnym i chłodzeniu jej wężownicą. Sposób postępowania pozwalający na określenie wartości, mierzonych w sposób pośredni, wartości współczynnika wnikania ciepła oraz metodyka wyznaczania charakterystycznych dla procesu parametrów, jest następujący.

Płaszcz grzejny

Korzysta się z równania definicyjnego opisującego proces przenikania ciepła

$$Q_{pt} = k_{pt} F_{pt} \Delta T_{ptm}, \quad (10)$$

w którym: Q_{pt} - strumień ciepła przenikającego przez płaszcz grzejny do cieczy w mieszalniku, W;

k_{pt} - współczynnik przenikania ciepła dla płaszczu, W/(m²·K);

$F_{pł}$ - powierzchnia przenikania ciepła płaszcza, m^2 ;
 $\Delta T_{pł,m}$ - średnia różnica temperatury pomiędzy płynem grzejnym i
 cieczą w mieszalniku, K.

Przekształcając równanie (10) otrzymuje się

$$k_{pł} = \frac{Q_{pł}}{F_{pł} \Delta T_{pł,m}} \quad (11)$$

Z równania definicyjnego współczynnika przenikania ciepła wynika, że

$$\frac{1}{k_{pł}} = \frac{1}{\alpha_g} + \frac{s_{pł}}{\lambda_{pł}} + \frac{1}{\alpha_{c,pł}} + \Sigma \frac{1}{\alpha_o}, \quad (12)$$

gdzie: $k_{pł}$ - współczynnik przenikania ciepła od płynu grzejnego do cieczy w
 zbiorniku przez ściankę płaszcza, $W/(m^2 \cdot K)$;

α_g - współczynnik wnikania ciepła dla płynu grzejnego, $W/(m^2 \cdot K)$;

$\alpha_{c,pł}$ - współczynnik wnikania ciepła po stronie cieczy ogrzewanej w
 zbiorniku, $W/(m^2 \cdot K)$;

$s_{pł}$ - grubość ścianki płaszcza (zbiornika) mieszalnika, m;

$\lambda_{pł}$ - współczynnik przewodzenia ciepła materiału ścianki, $W/(m \cdot K)$;

$\Sigma \frac{1}{\alpha_o}$ - opór cieplny osadów wydzielonych na ścianie, $(m^2 \cdot K)/W$.

Jeżeli ogrzewanie mieszalnika prowadzone jest nasyconą parą wodną,
 kondensującą się na powierzchni grzejnej płaszcza, to w równaniu (12) można
 pominąć człon $1/\alpha_g$, jako bardzo mały w porównaniu do pozostałych
 składników tego równania. Zatem

$$\frac{1}{k_{pł}} \approx \frac{s_{pł}}{\lambda_{pł}} + \frac{1}{\alpha_{c,pł}} + \Sigma \frac{1}{\alpha_o}, \quad (13)$$

czyli

$$\alpha_{c,pł} \approx \frac{1}{\frac{1}{k_{pł}} - \frac{s_{pł}}{\lambda_{pł}} - \Sigma \frac{1}{\alpha_o}} \quad (14)$$

Wstawiając do (14) zależność (11), po kilku prostych przekształceniach
 otrzymuje się ostatecznie

$$\alpha_{c,pł} \approx \frac{Q_{pł} \lambda_{pł}}{F_{pł} \lambda_{pł} \Delta T_{pł,m} - Q_{pł} s_{pł} - Q_{pł} \lambda_{pł} \Sigma \frac{1}{\alpha_o}} \quad (15)$$

Strumień ciepła przenikającego przez powierzchnię grzejną płaszcza można określić z zadowalającą dokładnością poprzez pomiar strumienia powstającego kondensatu i wykorzystaniu równania

$$Q_{pl} = G_k r, \quad (16)$$

w którym: G_k - strumień kondensatu, kg/s;

r - ciepło kondensacji pary wodnej nasyconej o danym ciśnieniu, J/kg.

Przy uwzględnieniu strat ciepła cieczy w mieszalniku, strumień ciepła Q_{pl} może być także określony (dla ruchu ciepła w warunkach ustalonych) na podstawie bilansu cieplnego dla cieczy chłodzącej płynącej przez wężownicę, równanie (19).

Wobec stałej temperatury kondensującej pary wewnątrz płaszcza grzejnego i stałej średniej temperatury cieczy w mieszalniku (warunki ustalone ruchu ciepła) różnica temperatury, pod wpływem której zachodzi przenikanie ciepła

$$\Delta T_{pl,m} = t_k - t_c, \quad (17)$$

gdzie: t_k - temperatura kondensującej pary wodnej nasyconej, °C;

t_c - średnia (w objętości) temperatura cieczy w mieszalniku, °C.

Opór cieplny osadów oraz współczynnik przewodzenia ciepła ścian zbiornika określić można na podstawie tablic, np. [1].

Wężownica

Procedura postępowania przy wyznaczaniu współczynnika wnikania ciepła od cieczy w mieszalniku do powierzchni wężownicy jest podobna jak w przypadku płaszcza grzejnego. Z ogólnego równania dla przenikania ciepła oraz z równania opisującego współczynnik przenikania, otrzymuje się zależność

$$\alpha_{c,w\acute{e}z} = \left(\frac{F_{w\acute{e}z} \Delta T_{w\acute{e}z,m}}{Q_{w\acute{e}z}} - \frac{s_{w\acute{e}z}}{\lambda_{w\acute{e}z}} - \frac{1}{\alpha_{ch}} - \Sigma \frac{1}{\alpha_o} \right)^{-1} \quad (18)$$

w której: $\alpha_{c,w\acute{e}z}$ - współczynnik wnikania ciepła od cieczy w mieszalniku do wężownicy, W/(m²·K);

α_{ch} - współczynnik wnikania ciepła dla cieczy chłodzącej wewnątrz wężownicy, W/(m²·K);

$F_{w\acute{e}z}$ - powierzchnia przenikania ciepła wężownicy, m²;

$\Delta T_{w\acute{e}z,m}$ - średnia różnica temperatury pomiędzy cieczą w mieszalniku i cieczą chłodzącą w wężownicy, K;

$s_{w\acute{e}z}$ - grubość ścianki rury wężownicy, m;

$\lambda_{w\acute{e}z}$ - współczynnik przewodzenia ciepła materiału wężownicy,
W/(m·K);

$\Sigma \frac{1}{\alpha_o}$ - opór cieplny osadów po obu stronach wężownicy, (m²·K)/W;

Strumień ciepła pobieranego przez ciecz chłodzącą wynika z równania bilansu cieplnego dla tego płynu

$$Q_{w\acute{e}z} = G_{ch} c_{p,ch} (t_{ch,wyl} - t_{ch,wl}) \quad (19)$$

w którym: $Q_{w\acute{e}z}$ - strumień ciepła, W;

G_{ch} - strumień cieczy chłodzącej, kg/s;

$c_{p,ch}$ - ciepło właściwe cieczy chłodzącej w jej temperaturze średniej, J/(kg·K);

$t_{ch,wyl}$ - temperatura cieczy chłodzącej na wylocie z wężownicy, °C;

$t_{ch,wl}$ - temperatura cieczy chłodzącej na wlocie do wężownicy, °C;

Średnia różnica temperatury pomiędzy cieczą w mieszalniku i cieczą chłodzącą w wężownicy może być wyznaczona jako średnia logarytmiczna

$$\Delta T_{w\acute{e}z,m} = \frac{t_{ch,wyl} - t_{ch,wl}}{\ln \frac{t_c - t_{ch,wl}}{t_c - t_{ch,wyl}}} \quad (20)$$

w której: t_c - średnia (w objętości) temperatura cieczy w mieszalniku, °C;

$t_{ch,wyl}$, $t_{ch,wl}$ - jak w równaniu (19).

Jeżeli w trakcie prowadzenia pomiarów zapewni się burzliwy przepływ cieczy chłodzącej w wężownicy, to współczynnik wnikania ciepła dla płynu chłodzącego wyznacza się na podstawie równania

$$\alpha_{ch} = 0,023 \left(1 + 3,54 \frac{d_{w,w\acute{e}z}}{D_{w\acute{e}z}} \right) \frac{\lambda_{ch}}{d_{w,w\acute{e}z}} Re_{ch}^{0,8} Pr_{ch}^{0,4} \quad (21)$$

w którym: $d_{w,w\acute{e}z}$ - średnica wewnętrzna rury wężownicy, m;

$D_{w\acute{e}z}$ - średnica zwojów wężownicy, m;

Re_{ch} - liczba Reynoldsa dla cieczy chłodzącej, -;

Pr_{ch} - liczba Prandtla dla cieczy chłodzącej, -;

Liczba Reynoldsa dla cieczy chłodzącej

$$Re_{ch} = \frac{4 G_{ch}}{\pi d_{w,w\acute{e}z} \eta_{ch}}, \quad (22)$$

liczba Prandtla dla cieczy chłodzącej

$$Pr = \frac{c_{p, ch} \eta_{ch}}{\lambda_{ch}} \quad (23)$$

Właściwości fizyczne w (22) i (23) wyznaczyć należy dla temperatury średniej

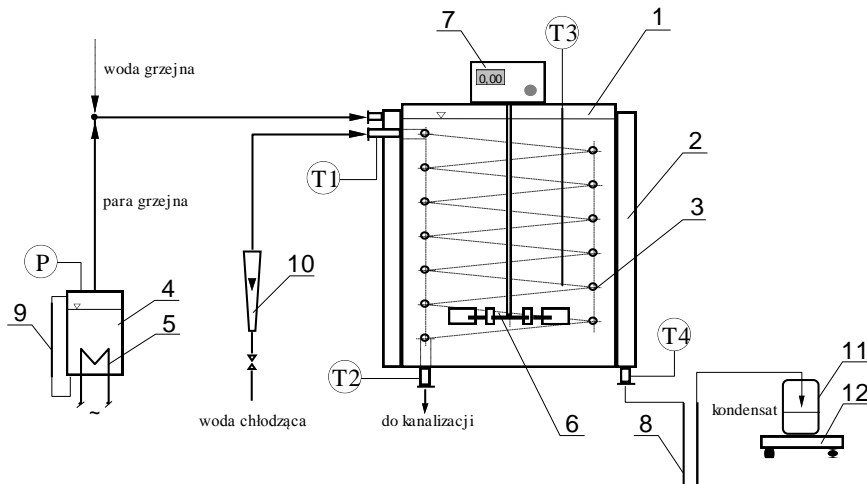
$$t_{sr, ch} = \frac{t_{ch, wl} + t_{ch, wyl}}{2} \quad (24)$$

Opór cieplny osadów i przewodność cieplną materiału węzownicy podaje literatura, np. [1].

Wyznaczenie wartości współczynnika wnikania ciepła dla płaszcza i węzownicy przy różnej prędkości obrotowej mieszadła pozwala na ocenę wpływu mieszania na intensywność ruchu ciepła w mieszalniku.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Schemat stanowiska pomiarowego

1 - zbiornik, 2 - płaszcz grzewczy, 3 - węzownica, 4 - wytornica pary, 5 - grzałka, 6 - mieszadło, 7 - układ sterowania obrotami mieszadła, 8 - zamknięcie wodne, 9 - cieczowskaz, 10 - rotometr, 11 - zlewka, 12 - waga, T1, T2 - pomiar temperatury cieczy chłodzącej, T3 - pomiar temperatury cieczy w mieszalniku, T4 - pomiar temperatury kondensatu, P - pomiar ciśnienia pary

Głównym elementem stanowiska jest mieszalnik z cylindrycznym zbiornikiem (1) o dnie płaskim, wyposażony w zwykły płaszcz grzewczy (2). Zbiornik mieszalnika w trakcie pomiarów jest wypełniony wodą. We wnętrzu zbiornika umieszczono węzownicę miedzianą (3) oraz mieszadło turbinowe (6) z układem

sterowania prędkości obrotowej (7). Na obudowie układu sterowania znajduje się pokrętko regulacyjne i wyświetlacz cyfrowy. Stanowiąca płyn grzejny nasycona para wodna, wytwarzana jest w wytwornicy (4) ogrzewanej grzałką elektryczną (5). Zasilanie grzałki odbywa się poprzez autotransformator. Zamknięcie wodne (8) uniemożliwia wypływ nieskroplonej pary z płaszcza grzejnego. Termometry T1 i T2 mierzą temperaturę wody chłodzącej, termometr T3 temperaturę cieczy w zbiorniku, a termometr T4 wskazuje temperaturę kondensatu. Manometr P umożliwia kontrolę ciśnienia, a tym samym parametrów, nasyconej wytwarzanej pary wodnej. Wymiary poszczególnych elementów mieszalnika, wg oznaczeń z rys. 3, są następujące:

$$D_{pl} \times S_{pl} = 280 \times 3 \text{ mm}, \quad H_{pl} = 280 \text{ mm}, \quad h = 150 \text{ mm}, \quad Z = 6 \text{ sztuk},$$

$$d_{w\acute{e}z} \times S_{w\acute{e}z} = 12 \times 1 \text{ mm}, \quad D_{w\acute{e}z} = 200 \text{ mm}, \quad a \times b = 25 \times 25 \text{ mm}, \quad d_m = 100 \text{ mm}.$$

Wężownica wykonana jest z rury miedzianej o długości całkowitej 8 m, płaszcza z blachy stalowej. Pomiar strumienia wody chłodzącej umożliwia rotametr (10) wyskalowany w dm^3/h . Ilość tworzącego się kondensatu określana jest poprzez ciągłe ważenie kropli spływających do zlewki (11).

W celu ograniczenia strat ciepła do otoczenia, cały mieszalnik zaizolowano warstwą materiału ciepłochronnego.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia badań współczynników wnikania ciepła w mieszalniku przedstawionym na rys. 5., należy:

- a) sprawdzić i ewentualnie uzupełnić poziom wody w zbiorniku mieszalnika, tak ażeby wężownica była całkowicie zanurzona;
- b) zmierzyć poziom cieczy w zbiorniku, zanurzając w niej linijkę;
- c) w przypadku ogrzewania parą wodną, sprawdzić poziom wody w wytwornicy i poprzez autotransformator włączyć grzałkę;
- d) w przypadku ogrzewania gorącą wodą, wymusić jej przepływ przez płaszcza;
- e) wymusić przepływ wody chłodzącej przez wężownicę;
- f) odczekać ok. 15 minut w celu termicznej stabilizacji stanowiska, czyli do momentu, gdy wskazania termometrów cieczy chłodzącej i wody w zbiorniku mieszalnika nie będą ulegały zmianie przez okres ok. 5 minut;
- g) okres stabilizacji termicznej przy ogrzewaniu parowym należy liczyć od chwili, w której rozpocznie się odbiór kondensatu;
- h) po okresie stabilizacji termicznej stanowiska, dokonać odczytu temperatury cieczy w zbiorniku, temperatury wody chłodzącej na wlocie i wylocie z wężownicy, strumienia wody chłodzącej i masy kondensatu wytwarzającego się w określonym czasie;
- i) wyniki zanotować w tabeli;

- j) włączyć zasilanie układu sterowania mieszadłem i ustalić jego prędkość obrotową na 4 obr/s;
- k) powtórzyć czynności wg punktów f) ÷ i), dokonując ewentualnej korekty wielkości strumienia wody w węzownicy;
- l) powtórzyć pomiary przy prędkości obrotowej mieszadła 8 obr/s i 12 obr/s.

Przepływ ciepła w mieszalniku zbiornikowym						
Ciecz mieszana: woda						
Płyn grzejny:						
Ciecz chłodząca: woda						
Powierzchnia grzejna płaszczu: m ²						
Powierzchnia przepływu ciepła węzownicy: m ²						
Rodzaj mieszadła: turbinowe, z sześcioma łopatkami prostymi						
Kondensat		Obroty mieszadła	Strumień wody chłodzącej	Temperatura wody		
przyrost masy	czas			mieszanej	chłodzącej na wlocie	chłodzącej na wylocie
kg	s	obr/s	dm ³ /h	°C	°C	°C

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów wyznaczyć współczynniki wnikania ciepła dla węzownicy przy różnej prędkości obrotowej mieszadła, równania (18)÷(24).
2. Jeżeli ogrzewanie prowadzono parą wodną, wyznaczyć również współczynnik wnikania ciepła dla płaszczu grzejnego, równania (15)÷(17).
3. Sporządzić wykresy zależności współczynnika wnikania ciepła od prędkości obrotowej mieszadła dla węzownicy i ewentualnie płaszczu grzejnego.
4. Określić współczynniki wnikania na drodze rachunkowej, równania (1)÷(9).
5. Porównać uzyskane wartości współczynników zmierzonych i obliczonych.
6. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, skrypt PO nr 186, Opole 1997
- [2] STREK F.: Podstawy teorii i techniki mieszania, WNT W-wa 1976
- [3] HOBLER T.: Ruch ciepła i wymienniki, WNT W-wa 1986

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Sposoby ogrzewania i chłodzenia aparatów zbiornikowych.
2. Rozwiązania konstrukcyjne mieszalników zbiornikowych.
3. Ruch ciepła na drodze wnikania i przenikania.
4. Wpływ warunków mieszania na ruch ciepła w mieszalniku.
5. Rodzaje nośników ciepła w przepływowym ogrzewaniu aparatury procesowej.

Ćwiczenie 7:

WYZNACZANIE WSPÓŁCZYNNIKA DYFUZJI W FAZIE GAZOWEJ

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest eksperymentalne wyznaczenie współczynnika dyfuzji wybranej substancji w określonym środowisku gazowym i porównanie uzyskanej wartości z danymi tablicowymi oraz wynikami uzyskanymi na drodze analitycznej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Dyfuzja jest procesem ruchu masy polegającym na spontanicznym ruchu cząstek danej substancji z miejsca o ich większym stężeniu do miejsca o ich stężeniu mniejszym. Proces ten może zachodzić w środowisku gazowym, ciekłym lub w ciałach stałych.

Dyfuzja może przebiegać w sposób nieustalony lub ustalony, to znaczy, że w trakcie trwania procesu ulegają lub nie ulegają zmianie stężenia składników w kolejnych punktach układu.

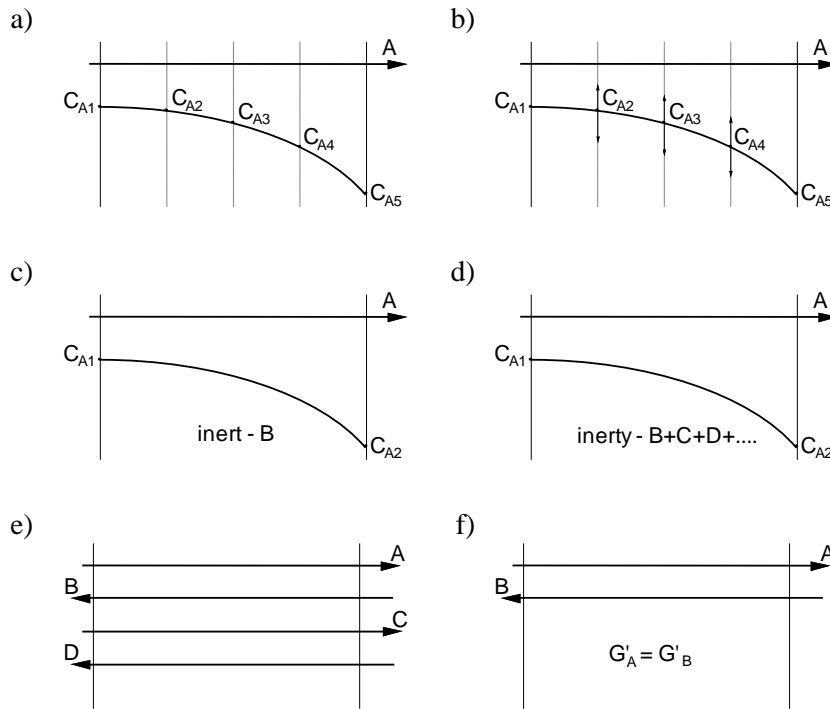
Spontaniczny ruch cząstek danego środowiska może dotyczyć tylko jednego jego składnika lub wielu składników równocześnie. W pierwszym przypadku występuje dyfuzja jednoskładnikowa, w drugim z wieloskładnikowa. Kierunek ruchu poszczególnych substancji dyfundujących wskazuje na to czy proces zachodzi jednokierunkowo czy wielokierunkowo.

W przypadku ruchu składnika przez składniki nie dyfundujące w danej chwili (wiele lub jeden), mówi się o dyfuzji w obecności inertów.

Jeżeli natomiast dyfundują przeciwkierunkowo dwa składniki, a ich strumienie molowe są jednakowe, to przypadek taki określa się mianem dyfuzji ekwimolarnej.

Opisane powyżej różne przypadki dyfuzji zilustrowano na rys. 1.

Parametrem charakteryzującym zdolność cząstek danej substancji do ich spontanicznego ruchu w określonym środowisku pod wpływem różnicy stężenia jest współczynnik dyfuzji. Wyróżnia się dwa sposoby określania tego współczynnika:



Rys.1. Przypadki dyfuzji.

a) ustalonej, b) nieustalonej, c) jednego składnika przez inert, d) jednego składnika przez mieszaninę inertów, e) wieloskładnikowej wielokierunkowej, f) ekwimolarnej

- współczynnik kinematyczny dyfuzji, oznaczany często jako D_{AB} , którego jednostką jest m^2/s ;
- współczynnik dynamiczny dyfuzji, oznaczany często jako δ_{AB} lub δ'_{AB} , a wyrażany odpowiednio w $kg/(m \cdot s)$ lub $kmol/(m \cdot s)$.

Dla obliczeń praktycznych może być stosowany zarówno współczynnik kinematyczny, jak i dynamiczny. W literaturze znajduje się co prawda więcej danych odnoszących się do D_{AB} , ale w razie potrzeby mogą być one szybko i łatwo przeliczone na δ_{AB} lub δ'_{AB} . Większość równań matematycznych opisujących przebieg procesów wymiany masy, zawiera bowiem współczynniki dynamiczne. Określenie „kinematyczny” i „dynamiczny” współczynnik dyfuzji wynika jedynie z analogii jednostek tych wielkości w stosunku do jednostek „kinematycznego” i „dynamicznego” współczynnika lepkości. Indeksy w oznaczeniach współczynnika dyfuzji odnoszą się do: pierwszy - do substancji dyfundującej, drugi - do środowiska w którym dyfuzja zachodzi. I tak dla

przykładu oznaczenie D_{AB} dotyczy: kinematycznego współczynnika dyfuzji składnika A dyfundującego przez składnik B.

W odniesieniu do dyfuzji w fazie gazowej, związek pomiędzy współczynnikiem dynamicznym a kinematycznym dyfuzji wyrazić można w postaci zależności

$$\delta'_{AB} = D_{AB} C' , \quad (1)$$

gdzie: δ'_{AB} - dynamiczny molowy współczynnik dyfuzji, kmol/(m·s);

D_{AB} - kinematyczny współczynnik dyfuzji, m²/s;

C' - suma koncentracji molowych wszystkich składników mieszaniny gazowej, równa co do wartości odwrotności objętości molowej gazu w warunkach przebiegu procesu, kmol/m³.

$$C' = \sum_i C'_i = v_m^{-1} , \quad (2)$$

gdzie: C'_i - koncentracja i-tego składnika, kmol i/m³;

v_m - objętość molowa gazu, m³/kmol.

Znajomość wartości dynamicznego współczynnika dyfuzji wyrażonego molowo, umożliwia wyznaczenie współczynnika wyrażonego w kilogramach masy, przy czym obowiązuje tutaj zależność

$$\delta_{AB} = \delta'_{AB} M_A \quad (3)$$

zaś M_A oznacza masę molową składnika dyfundującego.

Teoria kinetyczna gazów przyjmuje, że

$$D_{AB} = D_{BA} , \quad (4)$$

a zatem kinematyczny współczynnik dyfuzji zależy od natury pewnej pary składników, a nie od tego który z nich dyfunduje. Wobec stałości objętości molowej gazów (dowolnych) w danych warunkach, można zapisać również, że

$$D_{AB} C' = D_{BA} C' , \quad (5)$$

a zatem

$$\delta'_{AB} = \delta'_{BA} . \quad (6)$$

Ponieważ jednak, dynamiczny masowy współczynnik dyfuzji składnika A

$$\delta_{AB} = \delta'_{AB} M_A , \quad (7)$$

a składnika B

$$\delta_{BA} = \delta'_{AB} M_B = \delta'_{BA} M_B , \quad (8)$$

to

$$\delta_{AB} \neq \delta_{BA} . \quad (9)$$

Często zachodzi potrzeba wyznaczenia współczynnika dyfuzji danej substancji przez mieszaninę różnych składników. Stosuje się wtedy zależności

$$D_{AM} = \frac{1 - y_A}{\frac{y_B}{D_{AB}} + \frac{y_C}{D_{AC}} + \dots + \frac{y_N}{D_{AN}}}, \quad (10)$$

lub

$$\delta'_{AM} = \frac{1 - y_A}{\frac{y_B}{\delta'_{AB}} + \frac{y_C}{\delta'_{AC}} + \dots + \frac{y_N}{\delta'_{AN}}}, \quad (11)$$

gdzie indeks M oznacza mieszaninę, a indeksy A, B, C,...N - kolejne składniki tej mieszaniny.

Wartość współczynników dyfuzji dla danego układu składników, zależy od temperatury i ciśnienia pod którymi przebiega proces. Zwiększenie temperatury powoduje zwiększenie współczynnika dyfuzji, a zatem ułatwia przebieg procesu. Natomiast zwiększenie ciśnienia w fazie gazowej zmniejsza wartość współczynnika dyfuzji, co wynika ze zwiększenia gęstości gazu, czyli liczby cząsteczek zawartych w określonej objętości. Niekiedy dane ilościowe dotyczące współczynnika dyfuzji znaleźć można w literaturze, np. [1]. Ponieważ jednak ich wartość jest zależna od natury określonej pary składników, liczba możliwych kombinacji jest ogromna. Z tego względu często zachodzi potrzeba wyznaczania współczynnika dyfuzji na drodze rachunkowej. Jedną z proponowanych w literaturze metod ujmuje równanie

$$D_{AB} = 0,01858 \frac{T^{3/2}}{P \sigma_{AB}^2 \Omega} \sqrt{\frac{M_A + M_B}{M_A M_B}}, \quad (12)$$

gdzie: T - temperatura w skali bezwzględnej, K;
P - ciśnienie bezwzględne, Pa;
 M_A, M_B - masa molowa składników układu, kg/kmol;

$$\sigma_{AB} = \frac{\sigma_A + \sigma_B}{2} \quad \text{- średnia wartość stałych } \sigma ;$$

Ω - wartość funkcji wyznaczona na podstawie znajomości równania

$$T \left(\frac{k}{\varepsilon} \right)_{AB} = T \sqrt{\left(\frac{k}{\varepsilon} \right)_A \left(\frac{k}{\varepsilon} \right)_B} \quad (13)$$

Wartości stałych σ i (k/ε) dla określonych substancji podaje literatura, np.[1].
W tabeli 1 podano te wartości dla kilku, przykładowo wybranych, płynów.

Tabela 1

Wartości stałych σ i (k/ε) dla wybranych substancji

Substancja	σ	(k/ε)
Powietrze	4,221	1/185
Woda	2,649	1/356
Benzen	4,268	1/520
Etanol	4,455	1/391
Metanol	3,585	1/507
Azot	3,681	1/91,5
Dwutlenek węgla	3,996	1/190
Czterochlorek węgla	5,881	1/327

Wartość Ω , przy znajomości wartości funkcji opisanej równaniem (13), można odczytać z tabel zawartych w literaturze, np. [1].

Korzystając ze współczynników dyfuzji zawartych w literaturze, a podawanych dla określonych warunków temperatury i ciśnienia, niekiedy zachodzi potrzeba przeliczenia ich na warunki inne, odpowiadające parametrom rozważanego procesu rzeczywistego. Wpływ temperatury na wartość współczynnika dyfuzji w fazie gazowej może być ujęty w formie zależności

$$(\delta'_{AB})_T = (\delta'_{AB})_{T_0} \sqrt{\frac{T}{T_0}}, \quad (14)$$

gdzie: $(\delta'_{AB})_T$ - współczynnik dyfuzji dla temperatury aktualnej T;

$(\delta'_{AB})_{T_0}$ - współczynnik dyfuzji znany dla temperatury T_0 .

3. OPIS STANOWISKA POMIAROWEGO

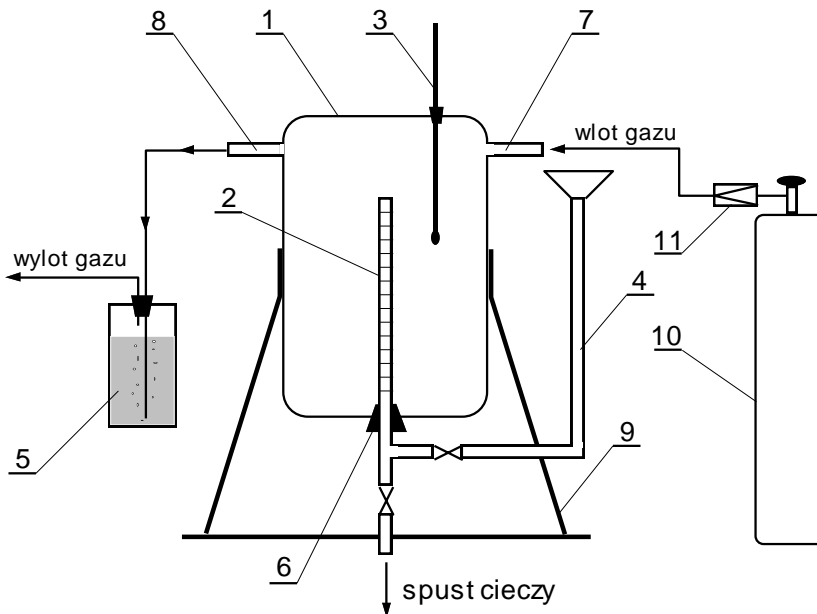
Dla eksperymentalnego wyznaczenia współczynnika dyfuzji określonej substancji w danej fazie gazowej, wykorzystywany jest w opisywanym ćwiczeniu przyrząd przedstawiony schematycznie na rys.2.

Składa się on ze szklanego naczynia (1), w którym umieszczono uszczelnioną korkiem (6) rurkę szklaną zaopatrzoną w podziałkę objętości. Do rurki tej wprowadzona jest poprzez układ (4) ciepla substancja dla której ma być wyznaczany współczynnik dyfuzji. W trakcie pomiaru, przez naczynie (1) przepływa gaz, wprowadzany króćcem (7) i wyprowadzany króćcem (8). Gaz ten, pobierany z butli gazowej (10) poprzez reduktor ciśnienia (11), stanowi

środowisko w którym zachodzi dyfuzja par cieczy zawartej w rurce (2). Termometr (3) służy do określania temperatury procesu. Ponieważ w trakcie pomiaru prędkość (a tym samym strumień) gazu przepływającego przez aparat powinny być stosunkowo niewielkie, na wypływie gazu z naczynia (1) zamontowano płuczkę wodną (5) stanowiącą wskaźnik intensywności przepływu. Cały przyrząd umieszczony jest na statywie (9).

Istota pomiaru współczynnika dyfuzji tym przyrządem sprowadza się do analizy procesu dyfuzji zachodzącego w warstwie gazu wypełniającego częściowo wnętrze rurki (2), przy czym konieczne staje się poczynienie pewnych założeń, a mianowicie:

- gaz we wnętrzu rurki jest w absolutnym bezruchu;
- temperatura i ciśnienie gazu w naczyniu (1) są wartościami stałymi;
- ze względu na ciągły przepływ gazu przez naczynie oraz niewielki strumień dyfundującej masy, stężenie par cieczy dyfundującej w gazie poza wnętrzem rurki jest przybliżeniu równe zero.



Rys.2. Schemat przyrządu do wyznaczenia współczynnika dyfuzji w fazie gazowej
 1 - naczynie szklane, 2 - rurka szklana z podziałką objętości, 3 - termometr,
 4 - układ napełniania rurki cieczą, 5 - wskaźnik przepływu gazu, 6 - korek
 gumowy, 7 - króciec wlotowy gazu, 8 - króciec wylotowy gazu, 9 - statyw, 10 -
 butla gazowa, 11 - reduktor ciśnienia

Matematyczny opis przebiegu procesu dyfuzji przez warstwę gazu we wnętrzu rurki, można przedstawić (zgodnie z oznaczeniami na rys.3) w sposób następujący

Gęstość strumienia molowego, wynikająca z ubytku określonej ilości substancji dyfundującej w elementarnym czasie

$$N'_A = \frac{dn_A}{F d\tau} = \frac{dV_A \rho_A}{M_A F d\tau} = \frac{dh F \rho_A}{M_A F d\tau} = \frac{\rho_A}{M_A} \frac{dh}{d\tau} \quad (15)$$

gdzie: N'_A - gęstość strumienia molowego substancji dyfundującej, kmol/(m²·s);

F - pole przekroju poprzecznego warstwy gazu w rurce, m²;

M_A - masa molowa substancji dyfundującej, kg/kmol;

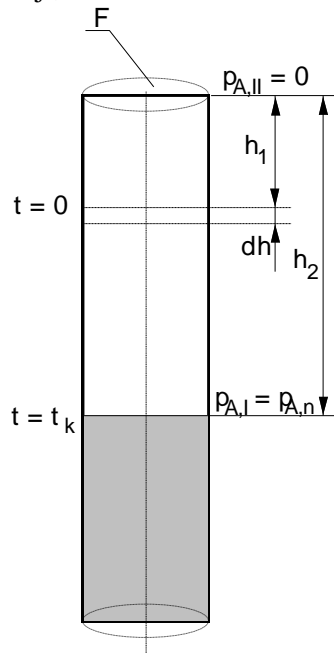
V_A - objętość substancji dyfundującej, m³;

h - droga dyfuzji (wysokość warstwy gazu w rurce), m;

n_A - liczba moli substancji dyfundującej, kmol;

ρ_A - gęstość substancji dyfundującej, kg/m³;

τ - czas trwania dyfuzji, s.



Rys. 3. Schemat procesu dyfuzji zachodzącej w gazie we wnętrzu rurki pomiarowej.

Zakładając przebieg procesu jako dyfuzję jednego składnika przez drugi inerty i wyrażając stężenia fazy gazowej za pomocą ciśnienia cząstkowego, równanie dyfuzji zapisać można w postaci

$$N'_A = \frac{\delta'_{AB}}{h} \ln \frac{P - p_{AII}}{P - p_{AI}} \quad (16)$$

gdzie: N'_A - gęstość strumienia masy dyfundującej, kmol/(m²·s);
 δ'_{AB} - dynamiczny współczynnik dyfuzji, kmol/(m·s);
 h - droga dyfuzji (wysokość warstwy gazu w rurce), m;
 P - ciśnienie panujące w układzie, Pa
 p_A - ciśnienie cząstkowe składnika A, Pa.

Porównując zależności (14) i (15) otrzymuje się

$$\frac{\rho_A}{M_A} \frac{dh}{d\tau} = \frac{\delta'_{AB}}{h} \ln \frac{P - p_{AII}}{P - p_{AI}} \quad (17)$$

a po rozdzieleniu zmiennych, uporządkowaniu i scałkowaniu w granicach: τ od 0 do τ_k i h od h_1 do h_2

$$\delta'_{AB} = \frac{\rho_A}{M_A \ln \frac{P - p_{AII}}{P - p_{AI}}} \frac{h_2^2 - h_1^2}{2 \tau_k} \quad (18)$$

Równanie (18) pozwala na wyznaczenie współczynnika dyfuzji, przy czym przedmiotem pomiarów jest czas trwania dyfuzji oraz początkowa i końcowa objętość gazu w rurce. Ponieważ rurka zaopatrzona jest w podziałkę objętości, a jej średnica jest stała, wysokość części zajętej przez gaz określa prosta zależność

$$h = \frac{4V}{\pi d^2} = 0,09825 V \quad ; \quad m \quad (19)$$

gdzie: V - objętość rurki zajmowana przez gaz, ml
 d - średnica wewnętrzna rurki, równa 3,6 mm.

Dla określenia ciśnienia cząstkowego dyfundującej substancji w przekrojach I i II, należy przyjąć, że stężenie składnika dyfundującego u wylotu z rurki jest bliskie zeru ($p_{AII} \approx 0$), a jego stężenie w fazie gazowej na zwierciadle, gdzie występuje stan równowagi, reprezentuje jego prężność pary nasyconej w danej temperaturze. Prężność pary różnych substancji podaje literatura, np. [1].

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów dotyczących eksperymentalnego wyznaczenia współczynnika dyfuzji w fazie gazowej, za pomocą przyrządu przedstawionego na rys. 2, należy:

- napęlić rurkę wewnętrzną (2) próbką ciekłej substancji, dla której wyznaczany ma być współczynnik dyfuzji; wykorzystać w tym celu układ napełniania (4);
- odkręcić zawór butli z gazem stanowiącym środowisko dyfuzji i sterując zaworem na reduktorze ciśnienia, wymusić przepływ gazu przez przyrząd w taki sposób, ażeby w płuczce (5) następował przepływ pojedynczych pęcherzyków gazu;
- po odczekaniu ok. 10 minut, zmierzyć termometrem (3) i zanotować temperaturę panującą w przyrządzie oraz objętość rurki zajmowaną przez gaz;
- uruchomić stoperem pomiar czasu trwania dyfuzji;
- po upływie ok. 1 godziny, a tym samym po istotnej zmianie objętości cieczy w rurce pomiarowej, zatrzymać pomiar czasu i odczytać powtórnie objętość rurki zajmowaną przez gaz;
- wyniki pomiarów i obliczeń zanotować w tabeli;

Wyznaczanie współczynnika dyfuzji w fazie gazowej				
Substancja dyfundująca:				
Gaz inertny:				
Temperatura w przyrządzie, $T =$ K				
Ciśnienie w przyrządzie, $P =$ Pa				
Gęstość substancji dyfundującej, $\rho_A =$ kg/m^3				
Masa molowa substancji dyfundującej, $M_A =$ kg/kmol				
Początkowa warstwa gazu w rurce wewnętrznej		Końcowa warstwa gazu w rurce wewnętrznej		Czas trwania dyfuzji
V_1	h_1	V_2	h_2	τ
ml	m	ml	m	s

- po zakończeniu pomiarów, wykorzystując układ napełniania (4), spuścić pozostałą w rurce próbkę cieczy i zamknąć dopływ gazu do przyrządu.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

- Na podstawie równania (18) wyznaczyć należy eksperymentalną wartość współczynnika dyfuzji.

2. Wyrazić uzyskane wartości współczynnika dyfuzji jako δ'_{AB} , δ_{AB} i D_{AB} .
3. Określić wartość współczynnika dyfuzji na drodze rachunkowej, wykorzystując równanie (12).
4. Porównać uzyskane wartości współczynnika dyfuzji badanej substancji w danym środowisku z danymi tablicowymi, np. praca [1].
5. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, skrypt PO, nr 189, 1996
- [2] TRONIEWSKI L.: Hoblerowskie ujęcie ruchu masy, skrypt PO, nr 184, 1996

7. TEMATYKA ZAGADNIENÍ KONTROLNYCH

1. Mechanizm ruchu masy przez dyfuzję.
2. Przypadki dyfuzji w fazie gazowej.
3. Sposoby wyrażania współczynników dyfuzji.
4. Zależność współczynnika dyfuzji od parametrów procesowych.
5. Analogia ruchu masy przez dyfuzję i ruchu ciepła przez przewodzenie.

Ćwiczenie 8:

BADANIE WSPÓŁCZYNNIKA WNIKANIA MASY W ZRASZANEJ KOLUMNIE WYPEŁNIONEJ

1. CEL ĆWICZENIA

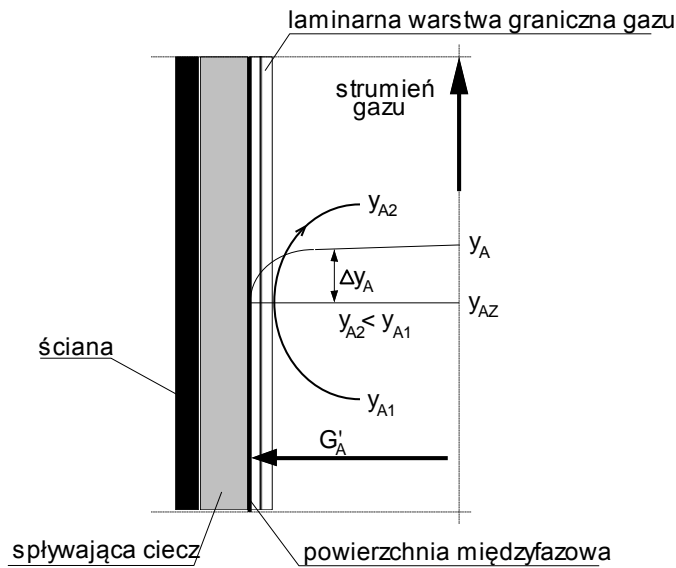
Celem ćwiczenia jest eksperymentalne wyznaczenie wartości współczynnika wnikania masy w fazie ciekłej podczas spływu grawitacyjnego cieczy w kolumnie wypełnionej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

W zagadnieniach absorpcji i desorpcji istotną rolę odgrywa znajomość współczynnika wnikania masy do i od powierzchni międzyfazowej rozdzielającej gaz od cieczy. Znajomość ta pozwala na wyznaczenie współczynnika przenikania masy, który to, przy danej powierzchni kontaktu faz i określonym module napędowym procesu, daje możliwość wyznaczenia masy danego składnika przenikającej z fazy do fazy.

Według teorii „dwóch warstw granicznych” Whitmana, wnikanie masy jest procesem kombinowanym, składającym się z transportu składnika od rdzenia danej fazy ku warstwie granicznej na drodze konwekcji i transportu masy przez tę warstwę (laminarną) na drodze dyfuzji. Dzieje się tak dlatego, że burzliwość fazy płynącej obok powierzchni międzyfazowej nie dochodzi do niej, tylko napotyka warstwę graniczną poruszającą się laminarnie, przez którą dany składnik musi przedyfundować. W obszarze przepływu burzliwego, ruch masy odbywa się za pośrednictwem prądów i wirów płynu.

Na rys. 1. przedstawiono schematycznie proces wnikania masy w fazie gazowej. Różnica stężenia składnika A w rdzeniu y_A i przy powierzchni międzyfazowej $y_{A,z}$ wynika z oporów wnikania masy, głównie oporów dyfuzji przez warstwę graniczną. Wartość współczynnika wnikania masy zależy od właściwości dyfuzyjnych układu: składnik dyfundujący - środowisko dyfuzji, oraz warunków hydrodynamicznych panujących w samym układzie. Do parametrów które bezpośrednio wpływają na wartość współczynnika wnikania masy określonego składnika A do powierzchni międzyfazowej rozdzielającej gaz od cieczy, należy zaliczyć:



Rys. 1. Schemat wnikania masy w fazie gazowej

G'_A - strumień masy składnika A,
 y_A - udział masy składnika A.

- gęstość i lepkość mieszaniny,
- prędkość przepływu mieszaniny,
- współczynnik dyfuzji składnika A przez mieszaninę,
- masę molową dyfundującego składnika A,
- geometrię powierzchni międzyfazowej.

Wpływ temperatury i ciśnienia objawia się pośrednio poprzez zmianę wymienionych powyżej właściwości fizycznych.

Współczynnik wnikania masy podaje ile masy jakiegoś składnika A wnika w jednostce czasu do jednostki powierzchni międzyfazowej od rdzenia którejś z faz (lub odwrotnie) przy module napędowym równym, jednośc, co można zapisać jako

$$\beta_A = \frac{G_A}{F \Delta\pi_A} \quad (1)$$

gdzie: β_A - współczynnik wnikania masy składnika A, kg A/(m²·s);

G_A - strumień masy składnika A, kg/s;

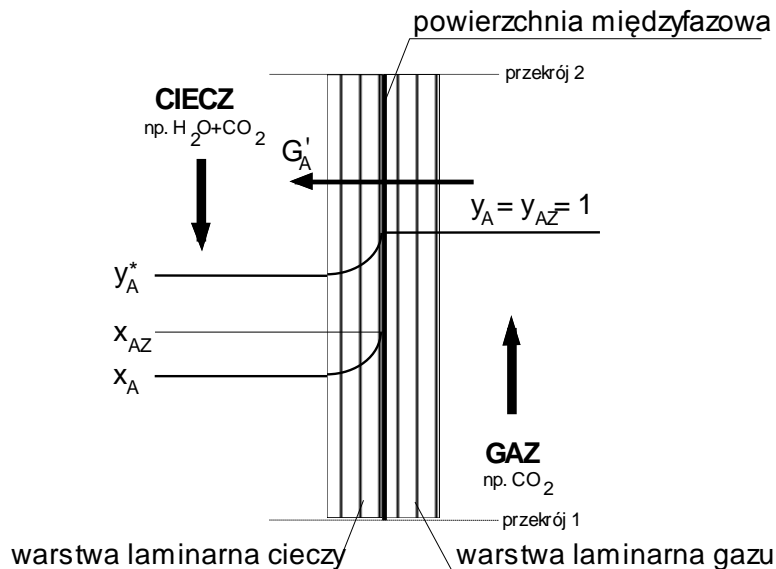
F - wielkość pola powierzchni międzyfazowej, m²;

$\Delta\pi_A$ - moduł napędowy procesu wnikania masy, -.

Współczynnik wnikania masy może być też wyrażony w kmol A/(m²·s)

Eksperymentalne wyznaczenie współczynnika wnikania masy na podstawie pomiaru występujących w równaniu (1) wielkości, napotyka jednak na pewną trudność związaną z określeniem $\Delta\pi_A$. Moduł napędowy procesu wnikania zależy bowiem od różnicy stężenia danego składnika w rdzeniu określonej fazy i na powierzchni międzyfazowej. Pomiar stężenia na powierzchni rozdziału faz jest praktycznie niemożliwy do zrealizowania ze względów technicznych.

W celu ominięcia opisaną trudność, do praktycznego wyznaczania wartości współczynnika wnikania masy wykorzystuje się zjawisko zanikania oporu wnikania w jednej z faz, np. w fazie gazowej. Przypadek taki występuje wtedy, gdy z cieczą skontaktuje się gaz zawierający tylko absorbowany przez nią składnik A, dla którego chce się wyznaczyć współczynnik wnikania masy w fazie ciekłej. Rozkład stężeń dla opisywanego przypadku przedstawiono na rys. 2.



Rys. 2. Przenikanie masy od gazu jednorodnego do ciekłego roztworu

W jednorodnej fazie gazowej nie ma różnic stężenia, a zatem stężenie składnika A na zwierciadle wynosi 100% i jest jednoznacznie określone dla potrzeb stosowania równania (1).

Ponieważ zdecydowana większość procesów absorpcji i desorpcji prowadzona jest w kolumnach wypełnionych, poniżej opisano zasady eksperymentalnego wyznaczania współczynnika wnikania masy dla tego przypadku. Zakłada się, że wyznaczany będzie współczynnik wnikania masy w fazie ciekłej, podczas kontaktu czystego gazu z ciekłym dwuskładnikowym

roztworem zawierającym inert. Dla potrzeb opisywanego ćwiczenia przyjmuje się w szczególności, że gazem jest dwutlenek węgla (składnik A), a ciekłym składnikiem inertnym woda, jak na rys. 2. W celu eksperymentalnego wyznaczenia (w sposób pośredni) wartości współczynnika wnikania masy w fazie ciekłej, dysponować należy następującymi danymi:

- średnica aparatu;
- powierzchnia właściwa wypełnienia i wysokość jego warstwy;
- strumień masowy wody zraszającej;
- stosunek masowy CO₂ do H₂O w skrajnych przekrojach kolumny;
- temperatura i ciśnienie panujące w aparacie.

Oznaczając symbolem A wnikający dwutlenek węgla, na podstawie równania definicyjnego (1), można napisać

$$\beta_{A,c} = \frac{G_A}{F \Delta\pi_{A,c,m}}, \quad (2)$$

gdzie: $\beta_{A,c}$ - współczynnik wnikania masy CO₂ w cieczy, kg/(m²·s);

G_A - strumień wnikającej masy CO₂, kg/s;

F - powierzchnia wnikania masy, m²;

$\Delta\pi_{A,c,m}$ - średni moduł napędowy wnikania masy w fazie ciekłej, -.

Poszczególne składniki równania (2) określić można w sposób następujący.

Strumień wnikającej masy

Stosując zasady bilansowania wymienników masy

$$G_A = G_{ic}(U_{A1} - U_{A2}), \quad (3)$$

gdzie: G_{ic} - strumień masowy inerty ciekłego (wody), kg/s;

U_{A1}, U_{A2} - stosunki masowe w skrajnych przekrojach, kg A/kg inerty.

Ponieważ w rozważanym przypadku $G_{ic} = G_{H_2O}$ oraz $U_{A2} \approx 0$ (gdyż zakłada się zraszanie czystą wodą), to ostatecznie

$$G_A = G_{H_2O} U_{A1} \quad (4)$$

Powierzchnia kontaktu faz

Powierzchnię teoretyczną wypełnienia wyznacza się z zależności

$$F_T = V_w a = \frac{\pi D^2}{4} H a, \quad (5)$$

w której: D - średnica kolumny, m;

H - wysokość warstwy wypełnienia, m;

a - powierzchnia jednostkowa wypełnienia, m²/m³.

Średni moduł napędowy procesu w fazie ciekłej

Zakładając, że spełnione jest prawo Henryego, można napisać dla rozpatrywanego przypadku wnikania masy

$$\Delta\pi_{A,c,m} = \frac{\Delta\pi_{A,c,1} - \Delta\pi_{A,c,2}}{\ln \frac{\Delta\pi_{A,c,1}}{\Delta\pi_{A,c,2}}}, \quad (6)$$

Ponieważ moduł napędowy w przekroju wlotowym i wylotowym zależy od stężenia składnika A w fazie ciekłej na powierzchni międzyfazowej, wielkość tę należy wyznaczyć następująco. Według prawa Henryego ciśnienie cząstkowe składnika A na zwierciadle w stanie równowagi opisuje zależność

$$p_{A,z}^* = H' x_{A,z}, \quad (7)$$

skąd otrzymuje się udział molowy dwutlenku węgla w cieczy na zwierciadle

$$x_{A,z} = \frac{p_{A,z}^*}{H'}. \quad (8)$$

Wartość stałej Henryego H' dla warunków panujących w aparacie można znaleźć w tablicach, np. [1]. Wartość ciśnienia cząstkowego składnika A na zwierciadle w stanie równowagi wyznaczy się z prawa Daltona wg którego

$$p_{A,z}^* = P - p_{H_2O}^*, \quad (9)$$

gdzie: $p_{A,z}^*$ - równowagowe ciśnienie cząstkowe CO_2 na zwierciadle, Pa;

P - ciśnienie całkowite w aparacie, Pa;

$p_{H_2O}^*$ - równowagowe ciśnienie cząstkowe pary wodnej, Pa.

Równowagowe ciśnienie cząstkowe pary wodnej w temperaturze procesu odczytuje się z tablic, np. [1], a wartość ciśnienia całkowitego w aparacie uzyskamy w trakcie pomiarów.

Stosunek masowy CO_2 do H_2O określa się na podstawie przelicznika stężeń

$$U_{A,z} = \frac{x_{AZ}}{1-x_{AZ}} \frac{M_A}{M_{H_2O}} \quad (10)$$

gdzie: M - masa molowa, kg /kmol.

Moduły napędowe w poszczególnych przekrojach wyznacza się z zależności

$$\Delta\pi_{A,c,1} = \frac{U_{A,z} - U_{A,1}}{(m^* + U_A)_m}, \quad (11)$$

$$\Delta\pi_{A,c,2} = \frac{U_{A,z} - U_{A,2}}{(m^* + U_A)_m}, \quad (12)$$

w których $m^* = \frac{M_A}{M_{H_2O}}$, a wyrażenia w mianownikach równań (11) i (12)

$$(m^* + U_A)_m = \frac{U_{A,z} - U_A}{\ln \frac{m^* + U_{A,z}}{m^* + U_A}} \quad (13)$$

Wyznaczony w powyższy sposób masowy współczynnik wnikania masy, można przeliczyć na współczynnik molowy, wg prostego równania

$$\beta'_{Ac} = \frac{\beta_{A,c}}{M_A} \quad (14)$$

W obliczeniach projektowych związanych z wymiennikami masy, do wyznaczania współczynnika wnikania masy wykorzystuje się równania empiryczne, dotyczące konkretnego procesu zachodzącego w określonych warunkach. Dla opisywanego sływu grawitacyjnego cieczy po wypełnieniu utworzonym z pierścieni Raschiga można stosować zależność

$$Sh = 0,015 Re^{0,66} Sc^{0,33}, \quad (15)$$

w której: $Sh = \frac{\beta_{A,c} \vartheta_z}{\delta_A}$ - liczba Sherwooda,

$Re = \frac{w_{c,o} \rho_c}{a \eta_c}$ - liczba Reynoldsa,

$Sc = \frac{M_A}{M_c} \frac{\eta_c}{\delta_A}$ - liczba Schmidta,

zaś poszczególne symbole oznaczają:

$\beta_{A,c}$ - masowy współczynnik wnikania masy w fazie ciekłej, $kg/(m^2 \cdot s)$;

$\vartheta_z = \left(\frac{\eta_c^2}{\rho_c^2 g} \right)^{1/3}$ - liniowy wymiar zastępczy, m;

δ_A - współczynnik dyfuzji składnika A przez ciecz, $kg/(m \cdot s)$;

$w_{c,o}$ - prędkość pozorna cieczy liczona na pusty aparat, m/s;

ρ_c - gęstość cieczy, kg/m^3 ;

η_c - dynamiczny współczynnik lepkości cieczy, Pa·s;

M - masa molowa, kg/kmol.

W odniesieniu do aparatów, których wypełnienie jest źle zraszane cieczą, rzeczywisty strumień wnikającego składnika może różnić się od wartości wyznaczonej na drodze analitycznej, co wynika z mniejszej niż powierzchnia wypełnienia rzeczywistej powierzchni wnikania masy. Zjawisko złego zraszania wypełnienia można uwzględnić w obliczeniach poprzez wprowa-

dzenie tzw. współczynnika wykorzystania powierzchni. Wykorzystując ten parametr rzeczywista powierzchnia dla wnikania gazu do cieczy jest równa

$$F = F_T \varphi, \quad (16)$$

przy czym: F_T - powierzchnia teoretyczna, równa rzeczywistej powierzchni wypełnienia, m^2 ;

φ - współczynnik wykorzystania powierzchni, -.

Jednym ze sposobów ustalenia wartości współczynnika φ może być stosowanie podawanego w literaturze równania

$$\varphi = \frac{\sqrt[3]{a}}{f(w_{c,o})} \quad (17)$$

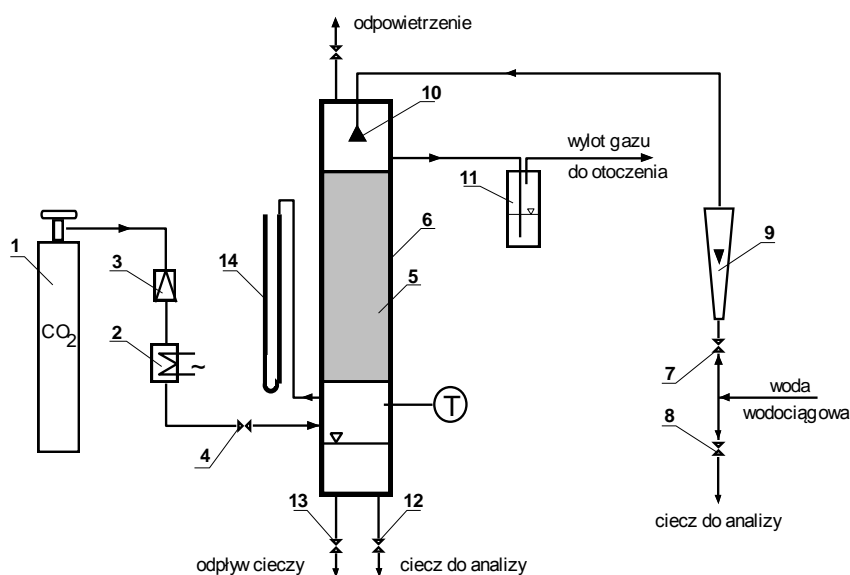
w którym : a - powierzchnia właściwa wypełnienia, m^2/m^3 ;

$w_{c,o}$ - prędkość pozorna wody w kolumnie, m/s .

Wartość funkcji $f(w_{c,o})$ podają tablice, np. [1].

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 3.

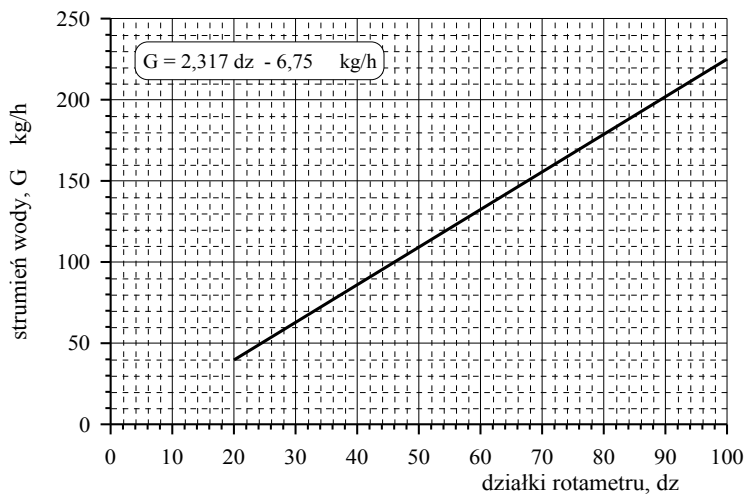


Rys. 3. Schemat stanowiska pomiarowego

1 - butla z CO₂, 2 - podgrzewacz gazu, 3 - reduktor ciśnienia, 4 - zawór regulacyjny gazu, 5 - wypełnienie kolumny, 6 - kolumna, 7 - zawór regulacyjny wody, 8, 12, 13 - zawory spustowe, 9 - rotametr, 10 - zraszacz,

11 - zbiornik kontroli przepływu gazu, 14 - manometr U-rurkowy, T - pomiar temperatury

Głównym jego elementem jest kolumna (6) o średnicy 0,09 m, wypełniona zwykłymi ceramicznymi pierścieniami Raschiga o wymiarze 1/2". Wysokość złoża wypełnienia (5) wynosi 0,5 m. Strumień dwutlenku węgla pobieranego z butli (1) jest regulowany zaworem (4), a kontrola przepływu gazu przez aparat realizowana jest za pomocą szklanego zbiornika z cieczą (11), zamontowanego na przewodzie wylotowym gazu z kolumny. Strumień wody pobieranej z wodociągu regulowany jest zaworem (7) i mierzony rotametrem (9). Wykres cechowania rotametru przedstawia rys. 4.



Rys. 4. Wykres cechowania rotametru wody.

Woda doprowadzana jest do kolumny poprzez zraszacz sitkowy (10) i tworzy u dołu aparatu zamknięcie hydrauliczne dla gazu. Wysokość warstwy cieczy w dolnej części kolumny regulować można zaworem (13). Zawory (8) i (12) służą do pobierania próbek wody przeznaczonych do miareczkowania. Manometr U-rurkowy (14) wypełniony wodą i termometr T pozwalają na określenie warunków prowadzenia procesu w kolumnie.

4. PRZEBIEG ĆWICZENIA

W celu określenia wartości parametrów koniecznych do wyznaczenia współczynnika wnikania masy w fazie ciekłej, wg wskazówek podanych we wprowadzeniu do niniejszego ćwiczenia, należy wykonać następujące czynności związane z obsługą stanowiska pomiarowego, rys. 3:

- a) włączyć podgrzewacz gazu (2) i odczekać ok. 5 minut;
- b) odkręcić zawór butli (1) i reduktorem (3) ustawić wartość nadciśnienia gazu ok. 0,15 MPa;
- c) zaworem (4) ustalić przepływ CO₂ przez kolumnę w taki sposób, ażeby przez warstwę cieczy w naczyniu (11) przepływały pojedyncze pęcherzyki gazu;
- d) zaworem (7) ustalić, mierzony rotametrem (9), wymagany strumień wody zraszającej;
- e) zaworem (13) ustalić poziom cieczy w dolnej części kolumny. Dokonać korekty ustawienia strumienia gazu;
- f) po ustabilizowaniu się strumieni przepływu obu faz, odczytać ciśnienie i temperaturę panujące w aparacie oraz poprzez zawór (12) pobrać próbkę cieczy do miareczkowania;
- g) powtórzyć czynności wg pkt. d)-f) dla innych strumieni wody zraszającej warstwę wypełnienia. Zwrócić uwagę na jakość zraszania;
- h) po zakończeniu pomiarów zamknąć dopływ CO₂ i wody oraz spuścić ciecz z kolumny i wyłączyć podgrzewacz gazu;
- i) w celu określenia stężenia CO₂ w pobranych próbkach dokonać miareczkowania 100 ml każdej pobranej próbki 0,2 mol NaOH. Dla obliczenia stosunku masowego CO₂ do H₂O wykorzystać zależność

$$U_{A1} = \frac{0,2 V_{\text{NaOH}}}{500 V_p} \frac{M_{\text{CO}_2}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} ; \quad \frac{\text{kg CO}_2}{\text{kg H}_2\text{O}}$$

gdzie: V_{NaOH} - objętość zużytej do miareczkowania zasady sodowej, ml,
 V_p - objętość próbki cieczy poddanej miareczkowaniu, ml.

- j) wyniki notować w tabeli.

Wyznaczanie współczynnika wnikania masy				
Faza gazowa: CO ₂		Wypełnienie: Pierścienie Raschiga 1/2 ”		
Faza ciekła: H ₂ O		Wysokość warstwy wypełnienia: 0,5 m		
Średnica kolumny: 0,09 m		Ciśnienie barometryczne: mm Hg		
Objętość zużytej do miareczkowania zasady sodowej, V_{NaOH} = ml				
Objętość próbki cieczy poddanej miareczkowaniu, V_p = ml				
strumień wody		temperatura w kolumnie	nadciśnienie w kolumnie	stężenie CO ₂ w cieczy wylotowej
dz	$G_{\text{H}_2\text{O}}$	t	P	U_{A1}
-	kg/h	°C	mm H ₂ O	kg CO ₂ /kg H ₂ O
20				

30				
40				
...				

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Wyznaczyć na podstawie równania (2) współczynnik wnikania masy dla kolejnych punktów pomiarowych.
2. Sporządzić wykres zmian zmierzonego współczynnika wnikania masy w funkcji prędkości pozornej cieczy zraszającej.
3. Obliczyć współczynnik wnikania masy na podstawie równania (15) i porównać otrzymane wartości z wynikami badań własnych.
4. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, Skrypt PO nr 186, Opole 1996
- [2] TRONIEWSKI L.: Hoblerowskie ujęcie ruchu masy, Skrypt PO nr 184, Opole 1996
- [3] KOCH R., KOZIOL A.: Dyfuzyjno-cieplny rozdział substancji, WNT W-wa 1994

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Ruch masy na drodze wnikania.
2. Sens fizyczny współczynnika wnikania masy i jego definicja.
3. Wpływ warunków procesowych na współczynnik wnikania masy.
4. Zjawisko zaniku oporów wnikania masy w jednej z faz.
5. Prawo Henryego i prawo Daltona.
6. Przebieg procesu miareczkowania.

Ćwiczenie 9:

DESTYLACJA KOTŁOWA MIESZANINY DWUSKŁADNIKOWEJ

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z budową i zasadą działania typowego zestawu do destylacji okresowej oraz przeprowadzenie rozdziału ciekłej mieszaniny dwuskładnikowej woda - gliceryna na drodze destylacji kotłowej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Destylacja jest to jedna z metod rozdziału składników ciekłych roztworów, polegająca na częściowym odparowaniu ciekłej mieszaniny, a następnie odebraniu i skropleniu wytworzonej pary. Ponieważ skład wytworzonej pary jest inny niż skład cieczy z której para ta powstała, przy oddzielnym odbiorze skroplin można uzyskać kondensat o odmiennym niż surowka składzie, a tym samym pewien stopień rozdziału składników mieszaniny pierwotnej. Ciecz nieodparowana nosi nazwę wywaru lub cieczy wyczerpanej, a skropliny określane są mianem destylatu.

Proces destylacji ma praktyczne zastosowanie jedynie w odniesieniu do mieszanin o składnikach wzajemnie rozpuszczalnych, przy czym rozdziałowi tą drogą mogą podlegać tak roztwory idealne jak i nieidealne. Zagadnienia destylacyjne rozpatruje się pod względem stanu równowagi pomiędzy parą i cieczą. W stanie równowagi skład pary i będącej z nią w kontakcie cieczy jest ściśle określony i związany z temperaturą oraz ciśnieniem układu.

Jedną z matematycznych interpretacji stanu równowagi międzyfazowej ciecz-para jest równanie

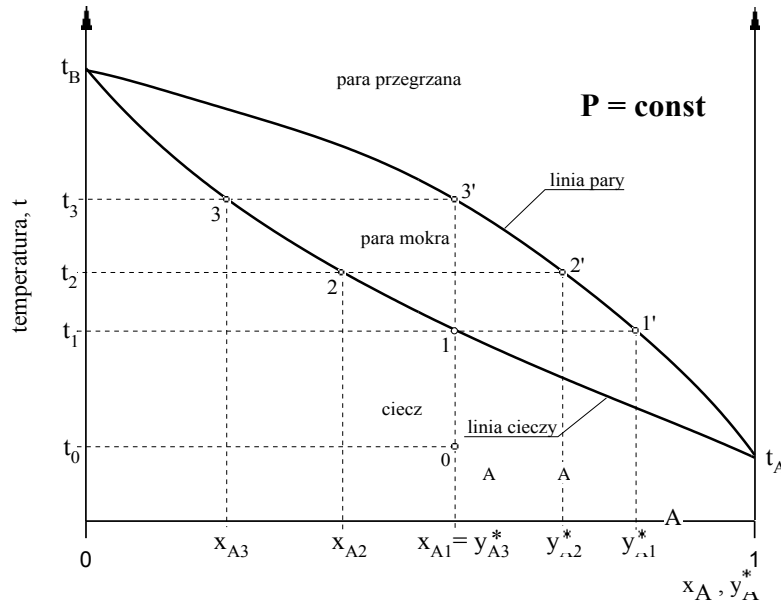
$$y_A^* = K_A x_A \quad (1)$$

w którym: y_A^* - udział molowy składnika A w parze w stanie równowagi,
 x_A - udział molowy składnika A w cieczy w stanie równowagi,
 K_A - stała równowagi zależna od ciśnienia i temperatury,
(warunków fizycznych stanu równowagi).

Równowagowy skład cieczy i pary różnych mieszanin, określony na drodze

eksperymentalnej, podaje literatura, np. [1].

Do analizy destylacji mieszanin dwuskładnikowych dogodnie jest natomiast wykorzystywać wykres równowagi $t = f(y_A^*, x_A)$, zwany potocznie - „rybką destylacyjną” rys. 1.



Rys. 1. Wykres równowagowy $t = f(y_A^*, x_A)$

Wykres tego typu wiąże ze sobą jednocześnie cztery parametry: ciśnienie dla którego obowiązuje, temperaturę odłożoną na osi pionowej oraz udział składnika bardziej lotnego w fazie ciekłej i parowej, odłożone równocześnie na osi poziomej. Wykres $t = f(y_A^*, x_A)$ stanowi graficzną interpretację odparowania izobarycznego mieszaniny dwuskładnikowej. Ciekła mieszanina dwuskładnikowa o pewnym początkowym składzie x_{A1} (x_{B1}) zostaje poddana odparowaniu przez doprowadzenie ciepła. Temperatura początkowa wynosi t_0 . Stan ten reprezentuje na wykresie punkt 0, daleki jeszcze od punktu wrzenia. Ciecz podgrzewana jest tak długo, dopóki temperatura nie osiągnie punktu pęcherzyków; wtedy ciecz zacznie wrzeć (stan 1). Powstająca para ma jednak inny skład niż ciecz, ponieważ

$$y_{A1}^* = K_{A1} x_{A1}$$

Wartość y_{A1}^* odmierza się na tej samej osi co x_{A1} . Stężenia x_{A1} i y_{A1}^* odpo-

wiadają wspólnej temperaturze t_1 . Współrzędne y_{A1}^* i t_1 dają nowy punkt 1'. Gdyby ciecz stale była wymieniana, co nie pozwoliłoby na jej ubożenie w składnik lotniejszy A (którego więcej odchodzi w parze niż składnika B), to ten stan rzeczy utrzymałby się nadal - ciecz miałaby stężenie x_{A1} , a wytwarzana para - y_{A1}^* . Jeżeli jednak cieczy nie wymienia się ani nie uzupełnia, to stężenie składnika A w fazie ciekłej maleje, zwiększa się zatem w niej zawartość składnika cięższego B, a więc i temperatura wrzenia zwiększa się. Wówczas panuje np. stan 2 o temperaturze t_2 i stężeniu x_{A2} . Temu stężeniu odpowiada w równowadze już inny skład fazy parowej, a mianowicie

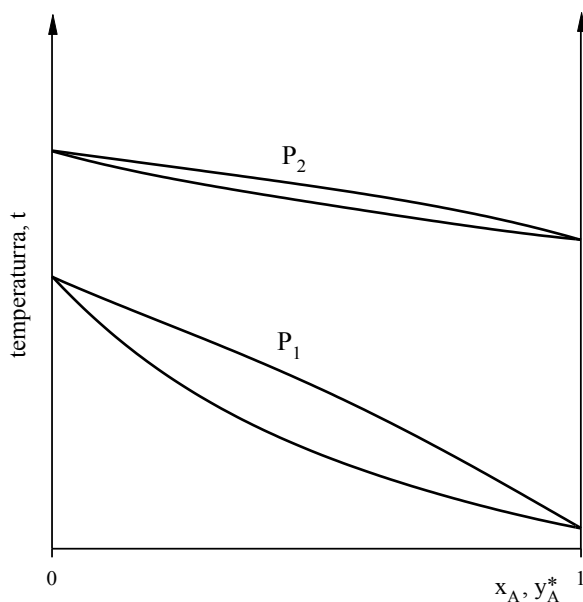
$$y_{A2}^* = K_{A2} x_{A2}$$

Otrzymamy nowy punkt 2' (y_{A2}^*, t_2). Jeżeli nadal prowadzone jest odparowanie, proces skończy się tym, że ostatnia kropla cieczy odparuje - otrzymuje się stan 3. Stan ten występuje przy temperaturze t_3 . Ostatnia kropla cieczy odparuje przy stężeniu x_{A3} , ale równowagowa para y_{A3}^* musi mieć to samo stężenie, co ciecz na początku. Wynika to stąd, że w miejsce cieczy otrzymuje się samą parę, która musi zawierać tyleż moli każdego składnika, ile przedtem zawierała ciecz. Zupełne odparowanie mieszaniny nie daje zatem różnicy w składzie pary i cieczy. Podobnie nie otrzymałoby się żadnego rozdziału składników, gdyby całkowicie skroplić parę o stężeniu y_{A3}^* ; w takim przypadku otrzymałoby się kondensat o stężeniu x_{A1} , identycznym z początkowym stężeniem pary. Możliwość rozdziału składników istnieje zatem tylko wtedy, gdy ani cieczy zupełnie nie odparuje, ani zupełnie nie skropli się pary. Gdyby uzyskaną parę podgrzewać w dalszym ciągu, otrzymałoby się parę przegrzaną o tym samym składzie. Otrzymane na rys.1 punkty 1, 2, 3 podają zależność stężeń fazy ciekłej x_A od temperatury wrzenia, a punkty 1', 2', 3' - zależność stężeń pary y_A^* od temperatury wrzenia (wszystko dla $P = \text{const.}$).

Zaczynając takie same doświadczenie od różnych wartości stężenia początkowego x_{A1} , uzupełniłoby się obie linie do pełnego zakresu x_A od 0 do 1. Linia dolna jest zbiorem punktów początku wrzenia i nosi nazwę linii cieczy. Górna linia jest zbiorem punktów, w których odparowanie jest zakończone, lub na odwrót - para przegrzana staje się parą nasyconą i występuje pierwsza rosa. W odniesieniu do linii górnej stosuje się nazwę: linia pary. Tak więc linia cieczy podaje zależność stężenia fazy ciekłej od temperatury: $x_A = f(t)$, a linia pary - zależność stężenia pary od temperatury: $y_A^* = \varphi(t)$, w stanach wzajemnej równowagi. Linie te ograniczają pole cieczy (poniżej linii cieczy) z jednej strony i pole pary przegrzanej z drugiej (powyżej linii pary); między nimi leży obszar pary mokrej. W początku układu współrzędnych $x_A = 0$

(symbol A oznacza składnik lotniejszy) i równocześnie $x_B=1$, występuje sam składnik ciężki. Jego temperatura wrzenia t_B jest największa w układzie i od niej „rybka” się zaczyna. Dla $x_A=1$, występuje czysty składnik A, temperatura wrzenia t_A jest najmniejsza w układzie. Mając do dyspozycji tabelaryczne ujęcie stanów równowagi (x_A, y_A^*, t) wykres taki można szybko sporządzić.

Podwyższając ciśnienie, pod jakim przeprowadza się odparowanie, otrzymuje się coraz węższe „rybki”, rys. 2.

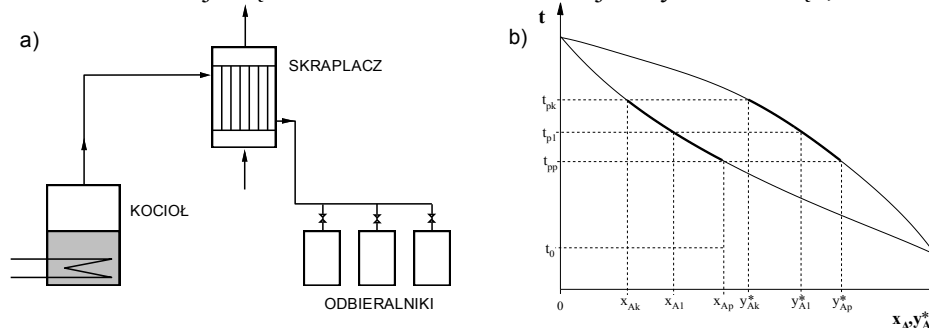


Rys. 2. Wpływ ciśnienia na krzywą równowagową, $P_1 < P_2$

Wynika stąd, że podwyższenie ciśnienia utrudnia rozdział składników i odwrotnie, obniżenie ciśnienia ułatwia destylację.

Na rys. 3a pokazano schemat aparatury do destylacji kotłowej. Jest to najprostsza aparatura destylacyjna, pracująca okresowo. Składa się ona z ogrzewanego przeponowo kotła, skraplacza i zbiorników destylatu. Przebieg procesu dla roztworu dwuskładnikowego przy $P = \text{const}$, przedstawiono na wykresie $t = f(x_A, y_A^*)$, (rys. 3b). Kocioł napełnia się cieczą mieszaniną o temperaturze t_0 i o pewnym początkowym stężeniu składnika lotniejszego A - x_{Ap} . Najpierw następuje ogrzewanie cieczy aż do osiągnięcia temperatury punktu pęcherzyków t_{pp} . Doprowadzane dalej ciepło przez bardzo krótki okres wytwarza parę o stężeniu y_{Ap}^* , znacznie bogatszą w składnik lotniejszy. Jeżeli otrzymana para ulegnie całkowitej kondensacji w skraplaczu, uzyska się ciekły

destylat o tym samym składzie, a więc $x_{ADp} = y_{Ap}^*$. Na skutek odparowania, ciecz w kotle staje się uboższa w składnik bardziej lotny A. Tak więc, w



Rys. 3. Destylacja kotłowa mieszaniny dwuskładnikowej
a) schemat instalacji; b) interpretacja graficzna.

następnym momencie skład cieczy w kotle ulega zmianie z x_{Ap} na x_{A1} . Tym samym temperatura wrzenia zwiększa się z t_{pp} na t_{p1} . Odparowanie mieszaniny o tym składzie daje parę o stężeniu y_{A1}^* , mniejszym niż y_{Ap}^* . Uzyskany kondensat o stężeniu $x_{AD1} = y_{A1}^*$ ma również mniejsze stężenie niż x_{ADp} . Jeżeli proces zostaje zatrzymany po osiągnięciu jakiegoś założonego stężenia końcowego x_{Ak} , to stężeniu temu odpowiada temperatura wrzenia t_{pk} , stężenie pary y_{Ak}^* i stężenie ciepłego destylatu x_{ADk} . Wytworzony podczas całego procesu (tzn. od momentu początkowego p do końcowego k) destylat można zbierać do jednego zbiornika lub do kilku otrzymując w nich różne frakcje.

Równanie opisujące proces destylacji kotłowej ma postać

$$\ln \frac{L_p}{L_k} = \int_{x_{Ak}}^{x_{Ap}} \frac{dx_A}{y_A^* - x_A}, \quad (2)$$

gdzie: L_p - początkowa ilość cieczy w kotle, kmol;
 L_k - końcowa ilość cieczy w kotle, kmol;
 y_A^* - udział molowy składnika A w parze, -;
 x_A - udział molowy składnika A w cieczy, -.

Równanie (2) pozwala obliczyć ubytek cieczy destylowanej przy znanych L_p , x_{Ap} i przy założonym x_{Ak} . Ilość otrzymanego destylatu

$$D = L_p - L_k, \quad (3)$$

a średni skład destylatu x_{ADm} - z bilansu masowego składnika A

$$x_{ADm} = \frac{L_p x_{Ap} - L_k x_{Ak}}{D}. \quad (4)$$

Aby rozwiązać całkę występującą po prawej stronie równania (2), (tzw. całkę Rayleigha), należy znać zależność $y_A^* = f(x_A)$. W szczególności, gdy mieszanina stosuje się do prawa Raoult'a, można wykorzystać równanie Fenskego

$$y_A^* = \frac{\alpha x_A}{1 + (\alpha - 1)x_A}, \quad (5)$$

w którym średnią wartość lotności względnej wyznacza się z równania uwzględniającego początkowy i końcowy skład równowagowy cieczy w kotle.

$$\alpha = \sqrt{\alpha_p \alpha_k}, \quad (6)$$

przy czym

$$\alpha_p = \frac{K_{Ap}}{K_{Bp}} \quad \text{i} \quad \alpha_k = \frac{K_{Ak}}{K_{Bk}}. \quad (7)$$

Równanie (2), przy wykorzystaniu zależności (5) sprowadza się do postaci

$$\ln \frac{L_p}{L_k} = \frac{1}{\alpha - 1} \left(\ln \frac{x_{Ap}}{x_{Ak}} + \alpha \ln \frac{1 - x_{Ak}}{1 - x_{Ap}} \right). \quad (8)$$

W przypadku układów które nie stosują się do prawa Raoult'a lub dla których lotność względna składników jest wielkością bardzo zmienną, rozwiązanie równania (2) pociąga za sobą konieczność całkowania graficznego lub numerycznego.

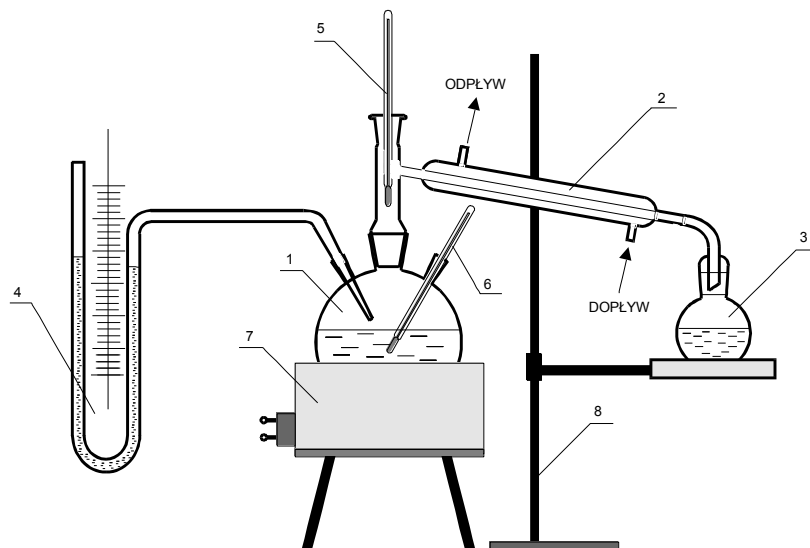
Oprócz destylacji prostej kotłowej w praktyce stosowana jest również:

- destylacja równowagowa;
- destylacja ekspansyjna;
- destylacja z parą wodną;
- destylacja warstewkowa;
- destylacja molekularna;
- destylacja azeotropowa.

Wybór konkretnej metody prowadzenia destylacji wynika bezpośrednio ze specyfiki rozdzielanej tą drogą mieszaniny.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska laboratoryjnego do prowadzenia destylacji kotłowej przedstawiono na rys. 4. Jego głównym elementem jest trzysztykowa kolba



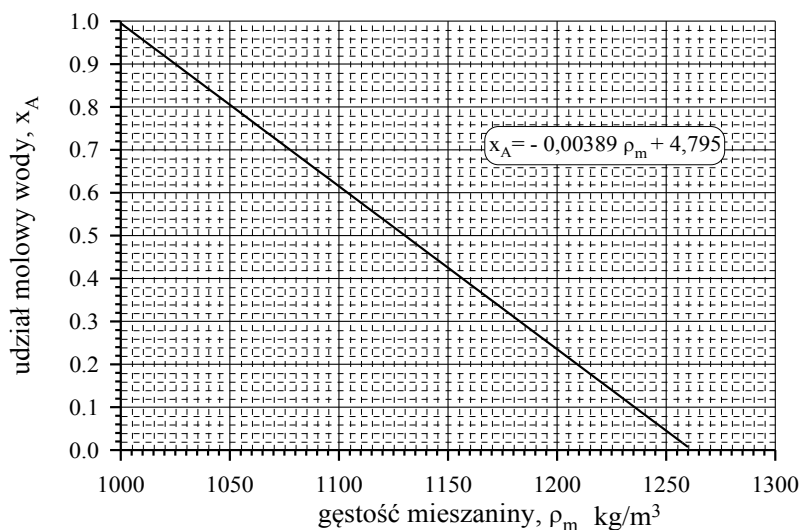
Rys. 4. Schemat zestawu laboratoryjnego do destylacji kotłowej.

1 - kolba destylacyjna, 2 - chłodnica, 3 - zlewka na destylat, 4 - U-rurka,
5 - termometr pary, 6 - termometr cieczy, 7 - łożnia grzejąca, 8 - statyw

destylacyjna (1) umieszczona w łożni grzejącej (7) zasilanej poprzez autotransformator. Wytworzone w kolbie opary, przepływając przez zasilaną wodą chłodnicę (2), ulegają skropleniu i są następnie odbierane do zlewki (3) jako destylat. Umieszczony w kolbie destylacyjnej termometr (6) umożliwia kontrolę temperatury cieczy, natomiast termometr (5) mierzy temperaturę wytwarzanych oparów. Wypełniony wodą manometr U-rurkowy (4), umożliwia pomiar nadciśnienia w kolbie w trakcie trwania procesu. Poszczególne elementy zestawu destylacyjnego wykonane są ze szkła laboratoryjnego i połączone „na szlif”, co zapewnia szczelność instalacji. W celu poprawnego przeprowadzenia ćwiczenia, konieczne jest, oprócz pomiaru ilości surówki i powstałych z niej produktów (destylatu i wywaru), określenie początkowego i końcowego składu cieczy w kotle, jak również średniego stężenia destylatu.

Ponieważ rozdziałowi poddawana jest mieszanina dwuskładnikowa woda-gliceryna, skład surówki, wywaru i destylatu można określić na podstawie pomiaru ich gęstości. Szczegóły dotyczące sposobów pomiaru gęstości cieczy zawiera instrukcja do ćwiczenia pt. „Wyznaczanie podstawowych właściwości

fizycznych cieczy”, zawarta w skrypcie „Operacje mechaniczne w inżynierii procesowej - laboratorium”, (skrypt PO nr). Na rys. 5 podano natomiast zależność udziału molowego wody w glicerynie w funkcji gęstości tego roztworu o temperaturze 20 °C.



Rys. 5. Związek pomiędzy gęstością mieszaniny woda-gliceryna a udziałem molowym wody. Temperatura 20 °C.

W tabeli 1 podano równowagowy skład cieczy i pary roztworu woda-gliceryna, o różnej temperaturze i pod stałym ciśnieniu.

Tabela 1

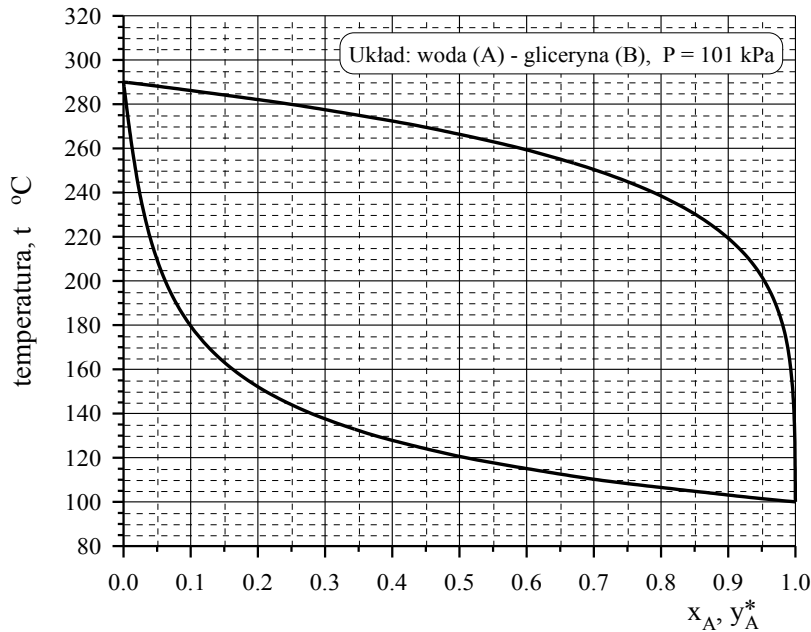
Parametry stanu równowagi dla układu woda-gliceryna pod ciśnieniem 101 kPa

Temperatura	Ciśnienie nasycenia wody	Ciśnienie nasycenia gliceryny	Równowagowy udział molowy wody w cieczy	Równowagowy udział molowy wody w parze
[°C]	$P_A \cdot 10^{-5}$ Pa	$P_B \cdot 10^{-5}$ Pa	x_A	y_A^*
1	2	3	4	5
100	1,013	0,0001778	1,00000	1,00000
110	1,433	0,0003858	0,70474	0,99989
120	1,985	0,0007823	0,50862	0,99962
130	2,701	0,0014990	0,37359	0,99907
140	3,614	0,0027371	0,27892	0,99805

150	4,760	0,0047945	0,21139	0,99626
160	6,180	0,0080998	0,16233	0,99328
170	7,920	0,0132555	0,12606	0,98853
180	10,027	0,0210906	0,09883	0,98118

1	2	3	4	5
190	12,553	0,0327245	0,07806	0,97013
200	15,550	0,0496442	0,06196	0,95389
210	19,080	0,0737958	0,04926	0,93053
220	23,201	0,1076922	0,03907	0,89754
230	27,979	0,1545392	0,03074	0,85170
240	33,480	0,2183817	0,02380	0,78893
250	39,776	0,3042724	0,01788	0,70413
260	46,940	0,4184643	0,01272	0,59095
270	55,050	0,5686311	0,00810	0,44156
280	64,190	0,7641155	0,00388	0,24638
290	74,450	1,0130000	0,00000	0,00000

Wykres równowagowy $t = f(y_A^*, x_A)$ dla roztworu woda-gliceryna, sporządzony na podstawie danych zawartych w tabeli 1 przedstawia rys. 6.



Rys. 6. Krzywa równowagi $t = f(y_A^*, x_A)$ dla roztworu: woda - gliceryna, pod ciśnieniem 101 kPa.

4. PRZEBIEG ĆWICZENIA

W celu przeprowadzenia destylacji kotłowej mieszaniny dwuskładnikowej woda-gliceryna, należy:

- przygotować w zlewce roztwór wody i gliceryny, (ok. 1 dm³);
- poprzez pomiar gęstości piknometrem, określić początkowy udział składników w przygotowanym roztworze, (rys. 5);
- poprzez pomiar masy lub objętości, zmierzyć dokładnie ilość przygotowanej surówki;
- wlać surówkę do kolby destylacyjnej i zmontować zestaw destylacyjny wg schematu jak na rys. 4, zwracając uwagę na szczelność połączeń kolejnych szklanych elementów zestawu destylacyjnego;
- regulując autotransformatorem moc grzania łąźni, doprowadzić ciecz w kolbie do stanu wrzenia;
- przed osiągnięciem przez ciecz w kolbie stanu wrzenia, włączyć przepływ wody przez chłodnicę;
- w trakcie trwania destylacji regulować moc grzania tak, ażeby proces wrzenia nie zachodził zbyt intensywnie (stała, niewysoka wartość nadciśnienia w kolbie);
- proces prowadzić do chwili otrzymania ok. 150 ml destylatu;
- w czasie destylacji obserwować i notować zmiany temperatury cieczy

wrzącej i otrzymywanej z niej pary, kontrolując jednocześnie nadciśnienie w kolbie destylacyjnej;

j) wyniki pomiarów notować w poniższej tabeli

Destylacja kotłowa		
Rodzaj mieszaniny: woda-gliceryna		
Gęstość surówki: kg/m ³		
Udział molowy wody w surówce: $x_{Ap} = \dots\dots\dots$ kmol H ₂ O / kmol r-ru		
Ilość surówki: kg lub dm ³		
Ilość wywaru: kg lub dm ³		
Gęstość wywaru: kg/m ³		
Udział molowy wody w wywarze: $x_{Ak} = \dots\dots\dots$ kmol H ₂ O / kmol r-ru		
Ilość destylatu: kg lub dm ³		
Gęstość destylatu: kg / m ³		
Udział molowy wody w destylacie: $x_{AD_m} = \dots\dots\dots$ kmol H ₂ O/kmol r-ru		
Temperatura cieczy wrzącej w kolbie	Temperatura tworzącej się pary	Nadciśnienie w kolbie
° C	° C	mm H ₂ O
.....		
.....		

- k) po zakończeniu pomiarów wyłączyć zasilanie łaźni grzewczej i zamknąć dopływ wody do chłodnicy;
- l) po samoistnym ochłodzeniu się kolby z wywarem rozmontować zestaw destylacyjny;
- m) pobrać próbki destylatu i wywaru, ochłodzić je do temperatury 20 °C, a następnie wyznaczyć piknometrem ich gęstość (a tym samym określić ich skład);
- n) zlać całą ilość otrzymanego wywaru i destylatu do wspólnego zbiornika magazynowego w celu wykorzystania roztworu do powtórnej destylacji w ramach kolejnych zajęć dydaktycznych.

Uwaga ! Ponieważ proces destylacji roztworu woda-gliceryna, przebiega pod ciśnieniem atmosferycznym w temperaturze powyżej 100 °C (woda jest składnikiem bardziej lotnym o mniejszej temperaturze wrzenia niż gliceryna), w trakcie trwania ćwiczenia należy zwrócić uwagę na zabezpieczenie się przed możliwością poparzenia.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Dysponując uzyskanymi w trakcie badań danymi co do ilości oraz składu surówki, wywaru i destylatu wyrazić ich ilość w molach substancji.
2. Zbudować wykres $t = f(x_A, y_A^*)$ dla układu woda-gliceryna i na jego tle zilustrować rzeczywisty przebieg badanego procesu. (przy niewielkim nadciśnieniu w kolbie, można wykorzystać dane z tabeli 1)
3. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów obliczyć analitycznie prawą stronę równania (2).
4. Na podstawie wyników pomiarów początkowej i końcowej ilości destylowanej cieczy określić wartość lewej strony równania (2). Ilość surówki i wywaru wyrazić w kilomolach.
5. Porównać wartości uzyskane w pkt. 3 i 4.
6. Wykorzystując zależności (4) obliczyć średni skład destylatu i porównać jego wartość z wartością uzyskaną eksperymentalnie.
7. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPELNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L.: Tablice do obliczeń procesowych, Skrypt PO nr 189, Opole 1996
- [2] BANDROWSKI J., TRONIEWSKI L.: Destylacja i rektyfikacja, Skrypt Pol. Śl. nr 1954, Gliwice 1996

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Istota destylacyjnego rozdziału ciekłych mieszanin.
2. Wykres równowagowy $t = f(x_A, y_A^*)$ dla mieszaniny dwuskładnikowej.
3. Sposoby prowadzenia destylacji.
4. Interpretacja graficzna destylacji kotłowej.
5. Pomiar gęstości cieczy.

Ćwiczenie 10:

DESTYLACJA AZEOTROPOWA

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości wody w zawodnionym oleju maszynowym metodą destylacji okresowej z czynnikiem azeotropującym.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Teoretyczny opis przebiegu procesu destylacji oparty jest na analizie stanu równowagi termodynamicznej pomiędzy wrzącą cieczą a wytwarzającą się z niej parą. Ponieważ destylacja prowadzona jest w odniesieniu do układów dwu- lub wieloskładnikowych, zarówno fazę ciekłą jak i parową stanowią mieszaniny (roztwory), a nie jednorodne czyste substancje. Para w stosunku do cieczy jest bogatsza w składniki lżejsze - bardziej lotne, które ulegają intensywniejszemu odparowaniu niż składniki cięższe - mniej lotne. W warunkach destylacji współistnieją zatem obok siebie dwie fazy (ciekła i parowa) o składach wynikających z równowagi międzyfazowej.

Zarówno faza ciekła jak i parowa może stanowić mieszaninę (roztwór) idealny jak i nieidealny. Ogólnie zatem układy dwufazowe występujące w procesie destylacji i składające się z fazy gazowej i ciekłej można podzielić na cztery grupy:

Grupa 1. Zarówno faza gazowa jak i ciekła stanowi mieszaninę idealną.

Grupa 2. Fazę ciekłą można uznać za mieszaninę idealną, natomiast faza gazowa jest nieidealna.

Grupa 3. Faza gazowa jest idealna, natomiast faza ciekła jest nieidealna.

Grupa 4. Faza gazowa oraz faza ciekła stanowią mieszaniny nieidealne.

W przypadku mieszanin idealnych, równowagowe ciśnienie cząstkowe (a zatem również stężenie) pewnego składnika w fazie parowej określone jest prawem Raoult'a

$$p_A^* = P_A \cdot x_A, \quad (1)$$

w którym: p_A^* - równowagowe ciśnienie cząstkowe składnika A, Pa;

P_A - ciśnienie nasycenia składnika A w danej temperaturze, Pa;

x_A - udział molowy składnika A w ciekłym roztworze idealnym, -.

Po podzieleniu obu stron równania (1) przez ciśnienie całkowite, pod którym znajduje się układ dwufazowy ciecz-para, oraz wykorzystaniu prawa Clapeyrona obowiązującego dla gazowych mieszanin idealnych, otrzymuje się prostą zależność pomiędzy równowagowymi stężeniami składnika A w układzie idealnym ciecz-para

$$\frac{p_A^*}{P} = y_A^* = \frac{P_A}{P} x_A = K_A x_A, \quad (2)$$

w której nieopisane powyżej symbole oznaczają:

P - ciśnienie całkowite pod którym znajduje się układ dwufazowy, Pa;

y_A^* - równowagowy udział molowy składnika A w parze, -;

x_A - równowagowy udział molowy składnika A w cieczy, -;

K_A - stała równowagi.

W praktyce, równanie (2) może być przedstawiane w różny sposób. Postać szczególna zależności (2) związana jest z rodzajem użytych stężeń wyrażających skład mieszaniny. Warto również zauważyć, że wartość stałej równowagi jest różna dla różnych sposobów wyrażania stężenia.

Suma ciśnień cząstkowych idealnego roztworu gazowego wynika natomiast z prawa Daltona, które w odniesieniu do mieszaniny dwuskładnikowej A i B można zapisać w postaci

$$P = p_A^* + p_B^* = P_A x_A + P_B x_B, \quad (3)$$

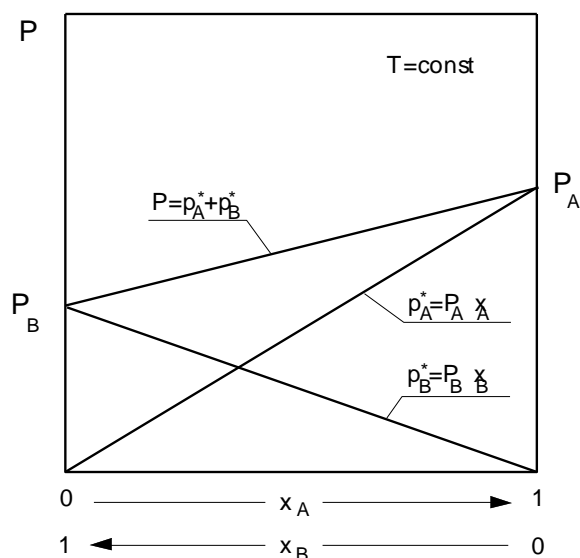
co daje (po prostych przekształceniach) liniową zależność zmian ciśnienia całkowitego pary nad roztworem w zależności od składu fazy ciekłej

$$P = (P_A - P_B)x_A + P_B, \quad (4)$$

lub

$$P = (P_B - P_A)x_B + P_A. \quad (5)$$

Oczywiście liniowy przebieg zależności (4) lub (5) wymaga stałości temperatury, gdyż od niej zależy wartość ciśnienia nasycenia czystych składników A i B. Jak wynika z równań (4) i (5) ciśnienie nad czystymi cieciami ($x_A=1$ lub $x_B=1$) w danej temperaturze jest równe prężności pary tych składników. W przypadku mieszanin idealnych natomiast, przy stałej temperaturze, ciśnienie całkowite jest równe sumie, liniowo zmieniających się wg (1), równowagowych ciśnień cząstkowych. Interpretację powyższych zmian przedstawiono na rys.1. Ponieważ ciekły roztwór przechodzi w stan wrzenia w chwili, gdy suma ciśnień cząstkowych poszczególnych jego składników w



Rys. 1. Zależność ciśnień cząstkowych i ciśnienia całkowitego od składu fazy ciekłej dla dwuskładnikowego układu idealnego cieczi-pary

parze zrówna się z ciśnieniem zewnętrznym działającym na układ, znajomość przebiegu zależności:

$$P = f(x_A)_{T=\text{const}} , \quad (6)$$

lub

$$T = f(x_A)_{P=\text{const}} , \quad (7)$$

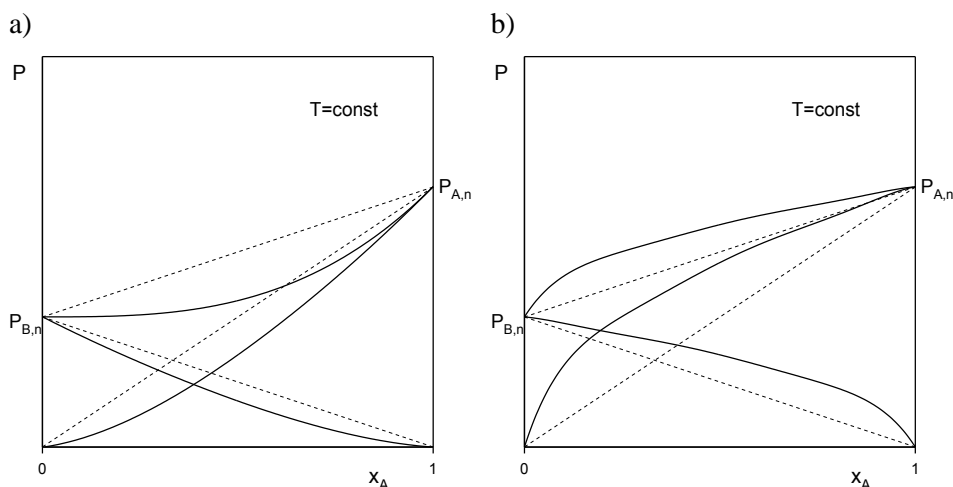
pozwała na określenie parametrów procesowych (T, P) koniecznych do prowadzenia destylacji ciekłej mieszaniny o danym składzie.

W przypadku mieszanin nieidealnych, należących do grup 2÷4, prosta zależność pomiędzy stężeniem składników w fazie ciekłej i parowej, dana równaniem (1), nie obowiązuje. W opisie mieszanin nieidealnych (określanych również mianem roztworów rzeczywistych), należy uwzględnić wzajemne oddziaływanie cząstek danej fazy, co jest pomijane w opisie roztworów idealnych. W miejsce linii prostych na rys.1, pojawiają się krzywe wygięte w górę lub w dół względem osi poziomej. Również linia ciśnienia całkowitego nie jest prostą, aczkolwiek w dalszym ciągu przebiega pomiędzy punktami reprezentującymi prężności pary czystych składników.

Dla opisu równowagowych stężeń, najczęściej w praktyce występującego układu rzeczywistego należącego do grupy 3, wykorzystuje się zmodyfikowane prawo Raoula, którego zapis dla składnika A można przedstawić w postaci

$$p_A^* = \gamma_A P_A x_A \quad (8)$$

Wielkość γ_A oznacza tzw. współczynnik aktywności, który kompensuje w fazie ciekłej odstępstwo zachowania się roztworu rzeczywistego od idealnego. Współczynnik aktywności jest funkcją składu cieczy i temperatury. Roztwory rzeczywiste, dla których ciśnienie całkowite P zmienia się nieliniowo pomiędzy P_A i P_B noszą nazwę zeotropów: ujemnych gdy $\gamma_A < 1$, dodatnich gdy $\gamma_A > 1$. Dla roztworu idealnego $\gamma_A = 1$. Zmiany ciśnień cząstkowych i ciśnienia całkowitego dla roztworów rzeczywistych przedstawiono na rys. 2.



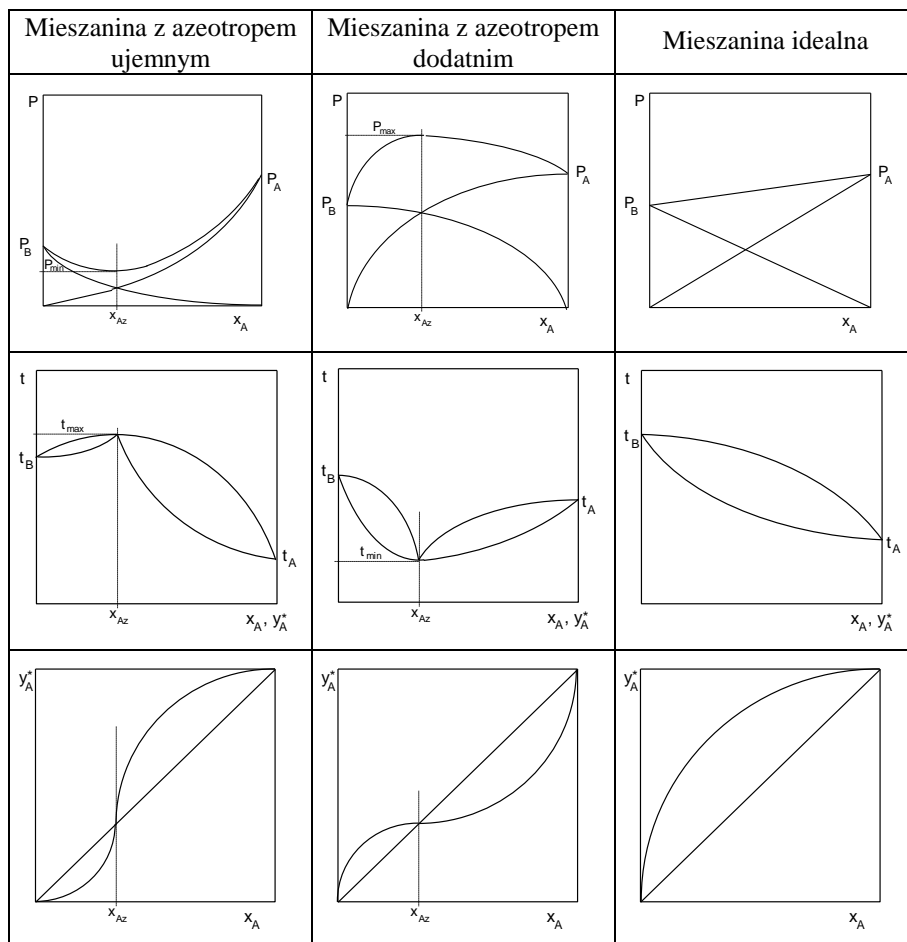
Rys.2. Zmiany ciśnień cząstkowych w układach zeotropowych
a) zeotrop ujemny b) zeotrop dodatni

Zmieniające się nieliniowo ciśnienie całkowite, może w przypadku niektórych układów zeotropowych osiągnąć wartość większą od prężności czystego składnika najbardziej lotnego lub mniejszą od prężności składnika najmniej lotnego. Mieszaniny rzeczywiste wykazujące takie właściwości, noszą nazwę azeotropów: dodatnich, jeżeli występuje maksimum i ujemnych jeżeli występuje minimum ciśnienia. Ekstremalnym wartościom ciśnienia całkowitego odpowiadają równocześnie ekstremalne wartości temperatury wrzenia roztworu, przy czym maksimum ciśnienia odpowiada minimum temperatury i odwrotnie. Co więcej, można udowodnić, że w punkcie azeotropowym równowagowy skład pary i, będącej z nią w kontakcie cieczy, jest identyczny. Wykresy fazowe charakterystyczne dla mieszaniny dwuskładnikowej idealnej oraz mieszanin tworzących azeotropy przedstawiono w tabelicy 1. Roztwór azeotropowy tworzony przez składniki o pełnej

wzajemnej rozpuszczalności nosi nazwę homoazeotropu, natomiast jeżeli azeotropia wynika z braku rozpuszczalności składników w pewnym zakresie stężenia, to układ taki nazywamy heteroazeotropem.

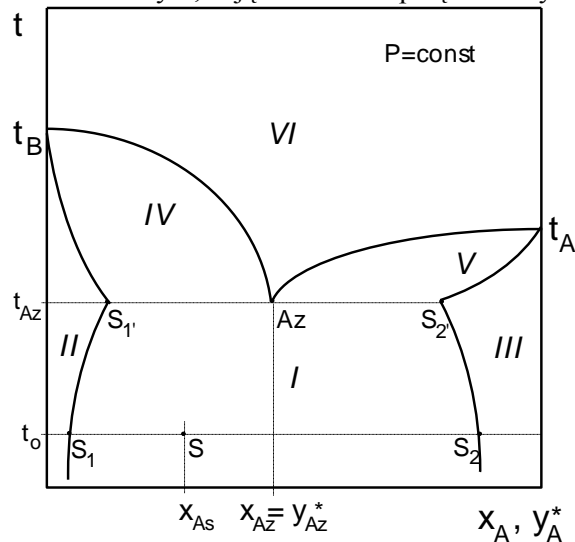
Tablica 1

Wykresy fazowe mieszanin dwuskładnikowych



Na rys. 4 przedstawiono wykres równowagi fazowej $t=f(x_A, y_A^*)$ dla układu dwuskładnikowego o częściowej rozpuszczalności składników w fazie ciekłej. Mieszanina taka (o składzie molowym x_{As} i w temperaturze t_0), w zakresie nierozpuszczalności w fazie ciekłej (obszar I), składa się z dwóch niemieszających się nasyconych roztworów, których składy reprezentują na wykresie punkty S_1 i S_2 . Wraz ze zwiększaniem temperatury zmienia się zakres nierozpuszczalności składników w fazie ciekłej, a tym samym zmienia się skład

ciekłych roztworów nasyconych. W chwili osiągnięcia temperatury wrzenia t_{Az} , odparowaniu ulegają ciekłe roztwory nasycone o składach reprezentowanych przez punkty S_1' oraz S_2' . Każdy z roztworów zachowuje się jednak tak, jak gdyby drugiego z nich nie było, dając w efekcie parę o identycznym składzie



Rys. 4. Wykres fazowy układu dwuskładnikowego A i B o częściowej wzajemnej rozpuszczalności składników w fazie ciekłej

I - obszar nierozpuszczalności ciekłych składników, *II* - obszar ciekłego roztworu A w B, *III* - obszar ciekłego roztworu B w A, *IV* - obszar mieszaniny dwufazowej roztworu nasyconego A w B i pary, *V* - obszar mieszaniny dwufazowej roztworu nasyconego B w A i pary, *VI* - obszar pary przegrzanej, Az - punkt azeotropowy.

odpowiadającym punktowi Az. Proces wrzenia przebiega w ten sposób do chwili w której jeden z roztworów odparuje całkowicie. Dalsze odparowanie dotyczy już pozostałej w kotle mieszaniny o składnikach wzajemnie rozpuszczalnych. Ponieważ do chwili całkowitego odparowania jednego z roztworów, skład odbieranych podczas destylacji oparów jest identyczny ze składem cieczy wrzącej, to mieszanin o częściowej lub też pełnej nierozpuszczalności składników w fazie ciekłej nie można rozdzielić na składniki prowadząc destylację w zwykły sposób.

Azeotropia jest z punktu widzenia zasad destylacji zjawiskiem niekorzystnym, gdyż uniemożliwia uzyskanie w prosty sposób dowolnego stopnia rozdziału ciekłych składników surowki, nawet przy destylacji wielokrotnej, czyli tzw. rektyfikacji. W trakcie odparowania ciekłego roztworu, zmienia się jego skład, a po osiągnięciu stężenia odpowiadającego punktowi

azeotropowemu, skład pary jest identyczny ze składem cieczy z której para ta powstaje. Proces destylacji polega natomiast na skraplaniu pary bogatszej w składniki bardziej lotne niż parująca faza ciekła. Zjawisko azeotropii może być jednak praktycznie wykorzystane do rozdzielania destylacyjnego mieszanin o składnikach blisko wrzących lub niemieszających się. Proces destylacji azeotropowej (lub z tzw. czynnikiem rozdzielającym) polega na dodaniu do rozdzielanego surowca (A+B) substancji trzeciej (C), która tworzy z jednym z jego składników azeotrop mniej lub bardziej lotny (A+C), a z drugim mieszaniną prawie idealną (B+C). Prowadząc destylację takiego układu, otrzymuje się jako jeden z produktów mieszaninę azeotropową (A+C), natomiast jako produkt drugi, praktycznie czysty ten składnik surowca, który azeotropu nie utworzył (B). Rozdział mieszaniny azeotropowej na czyste składniki odbywa się poza zestawem destylacyjnym, innymi niż destylacja metodami (np. ekstrakcja, sedymentacja, krystalizacja). O tym czy mieszanina azeotropowa stanowi wywar czy destylat decyduje rodzaj wytworzonego azeotropu (dodatni lub ujemny).

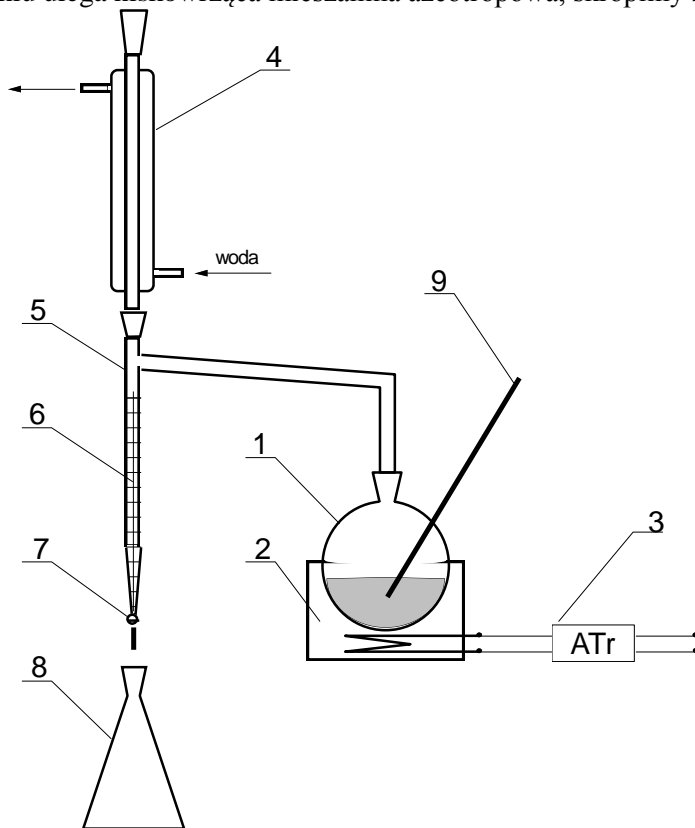
Przykładem praktycznego wykorzystania destylacji azeotropowej jest oznaczenie zawartości wody w produktach ropopochodnych. Wprowadzenie do zawodnionego układu trzeciej substancji, która tworzy z wodą azeotrop dodatni, pozwala na oddestylowanie w stosunkowo małej temperaturze całej mieszaniny azeotropowej, a zatem całkowite odwodnienie surowki. Ponieważ substancja azeotropująca jest tak dobrana, że nie miesza się z wodą w fazie ciekłej, rozdział ciekłego destylatu azeotropowego na składniki odbywa się na drodze sedymentacji poza zestawem destylacyjnym kocioł-chłodnica. Jako czynniki azeotropujące wykorzystuje się (w zależności od rodzaju produktu ropopochodnego) toluen, ksylen, chloroform, czterochlorek węgla, benzynę do ekstrakcji lub destylat naftowy o zakresie temperatury wrzenia (100÷200) °C. Taki sposób oznaczenia zawartości wody jest przedmiotem polskiej normy PN-83/C-04523, [3]. W normie tej podano szczegółowy opis zakresu stosowania metody, przyrządów i odczynników do prowadzenia destylacji oraz metodykę prowadzenia oznaczenia.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat zestawu do prowadzenia destylacji azeotropowej wody z oleju maszynowego przedstawiono na rys. 5. Zestaw ten składa się ze szklanej kolby destylacyjnej (1), umieszczonej w elektrycznej łaźni grzewczej (2) zasilanej poprzez autotransformator (3). U wylotu zestawu znajduje się, ustawiona pionowo i chłodzona wodą, chłodnica Liebiga (4). Kolba połączona jest z chłodnicą za pośrednictwem szklanego odbieralnika (5) zaopatrzonego w swojej dolnej części w podziałkę objętości (6). Zakończenie odbieralnika

stanowi kurek (7), umożliwiając spuszczenie ciekłego destylatu do kolby (8). Termometr rtęciowy (9) kontroluje temperaturę cieczy w kolbie destylacyjnej.

Przed przystąpieniem do pomiarów, próbkę badanej substancji miesza się z cieczą, tworzącą azeotrop dodatni z wodą. W trakcie destylacji opary wytwarzane w kolbie przechodzą do chłodnicy, gdzie są skraplane. Ponieważ odparowaniu ulega niskowrząca mieszanina azeotropowa, skropliny są bogate



Rys. 5. Schemat zestawu do destylacji azeotropowej

- 1 - szklana kolba destylacyjna 1000 ml, 2 - elektryczna łaźnia grzewcza,
3 - autotransformator, 4 - chłodnica Liebiga, 5 - odbieralnik pomiarowy,
6 - podziałka objętości, 7 - kurek, 8 - kolba, 9 - termometr.

w wodę i niemieszający się z nią w fazie ciekłej czynnik azeotropujący. Krople kondensatu spływają grawitacyjnie do odbieralnika, gdzie na drodze sedymentacji następuje rozdział faz ciekłych. Woda, jako cięższa, gromadzi się u dołu, a jej objętość można odczytać na podziałce odbieralnika wyskalowanej w mililitrach. Nadmiar wykroplonego (lżejszego od wody) czynnika

azeotropującego, stanowiącego warstwę górną w odbieralniku, spływa z powrotem do kolby destylacyjnej. W trakcie prowadzenia odparowania, wylot chłodnicy powinien być przesłonięty tamponem waty, co zapobiega wykraplaniu się wody zawartej w otoczeniu. Wielkość kolby i odbieralnika dobiera się w zależności od przewidywanej zawartości wody w badanym produkcie.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu wykonania oznaczenia zawartość wody w próbce zawadzonego oleju maszynowego należy:

- a) wszystkie szklane części zestawu przemyć benzyną ekstrakcyjną, acetonem, wodą bieżącą i destylowaną, a następnie wysuszyć;
- b) do kolby wlać cylindrem miarowym 100 ml próbki badanego oleju;
- c) tym samym cylindrem (bez przemywania go) przenieść do kolby 50 ml ksylenu, a następnie jeszcze dwa razy po 25 ml tej substancji;
- d) próbkę oleju dobrze wymieszać z ksylenem, a następnie wrzucić do kolby kilka kawałków niepolerowanej porcelany, w celu uniknięcia przegrzewania cieczy;
- e) zmontować zestaw destylacyjny wg schematu na rys. 5 i sprawdzić szczelność połączeń;
- f) w górnej części chłodnicy umieścić tampon z waty;
- g) włączyć obieg wody w chłodnicy, a następnie ogrzewanie łaźni kolby destylacyjnej, doprowadzając ciecz do wrzenia;
- h) regulując autotransformatorem moc grzania łaźni, destylację prowadzić w taki sposób, ażeby natężenie przepływu wody do odbieralnika wynosiło od 2 do 5 kropel w ciągu jednej sekundy;
- i) jeżeli przed zakończeniem destylacji w rurce chłodnicy zgromadzą się krople wody, zamknąć dopływ wody do chłodnicy na kilka minut, tak aby gorące opary zmyły powstałe krople do odbieralnika;
- j) destylację prowadzić do chwili, aż poziom wody w odbieralniku będzie stały przez około 5 minut;
- k) w trakcie trwania oznaczenia, kontrolować i regulować intensywność wrzenia cieczy w kolbie, wykorzystując w tym celu autotransformator;
- l) po zakończeniu destylacji odczytać objętość wydzielonej wody;
- m) wyniki zanotować w tabeli.

Destylacja azeotropowa

Produkt badany: zawadziony olej maszynowy

Czynnik azeotropujący: ksylen

Objętość próbki produktu badanego: 100ml

Objętość czynnika azeotropującego: 100ml		
Temperatura cieczy w kolbie destylacyjnej, t	Czas destylacji, τ	Objętość wydzielonej wody
°C	s	ml

n) po zakończeniu ćwiczenia umyć elementy zestawu destylacyjnego, acetonem i bieżącą wodą.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Określić zawartość wody w badanym oleju, wykorzystując w tym celu zależność

$$\% \text{ obj. H}_2\text{O} = \frac{V_{\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{ol}}} 100\%$$

w której: $V_{\text{H}_2\text{O}}$ - objętość wydzielonej wody, ml;

V_{ol} - początkowa objętość próbki oleju (bez ksylenu), ml.

2. Sporządzić krzywą frakcyjną destylacji $t=f(\tau)$, czyli zależność temperatury destylacji od czasu jej trwania.
3. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] PIGOŃ K., RUZIEWICZ Z.: Chemia fizyczna, PWN, W-wa 1980
- [2] BANDROWSKI J., TRONIEWSKI T.: Destylacja i rektyfikacja, Skrypt Politechniki Śląskiej nr 1954, Gliwice 1996
- [3] PN-83/C-04523; Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną.

7. TEMATYKA ZAGADNIENÍ KONTROLNYCH

1. Równowaga międzyfazowa w mieszaninach idealnych i nieidealnych.
2. Charakterystyka mieszanin zeotropowych.
3. Charakterystyka mieszaniny azeotropowej.
4. Wykresy fazowe mieszanin dwuskładnikowych.
5. Destylacja kotłowa.

Ćwiczenie 11:

REKTYFIKACJA OKRESOWA MIESZANINY DWUSKŁADNIKOWEJ

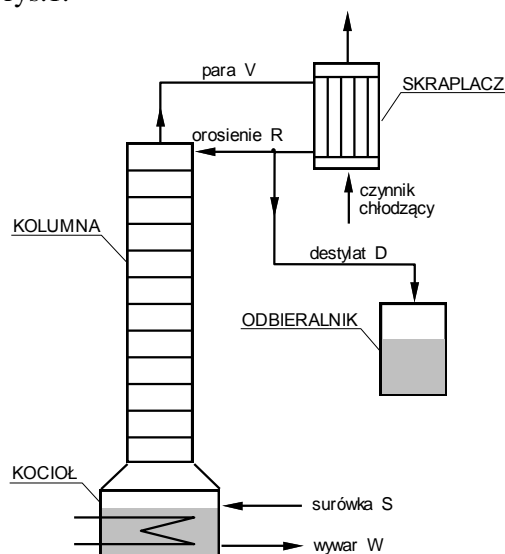
1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zaznajomienie się z pracą wypełnionej kolumny rektyfikacyjnej oraz przeprowadzenie rektyfikacji okresowej mieszaniny dwuskładnikowej przy stałym natężeniu przepływu orosienia.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Rektyfikacją nazywa się proces rozdzielania mieszaniny składników cieczy i pary, polegający na przeciwprądowym zetknięciu się obu faz i równoczesnym przepływie ciepła oraz masy. Kosztem ciepła kondensacji par (głównie ich ciężkich składników) odparowuje pewna ilość cieczy (głównie składników lekkich), przy czym faza ciekła i parowa dążą do osiągnięcia stanu równowagi.

Najprostszy zestaw aparaturowy do prowadzenia rektyfikacji okresowej przedstawiono na rys.1.



Rys.1. Schemat typowej instalacji do rektyfikacji okresowej

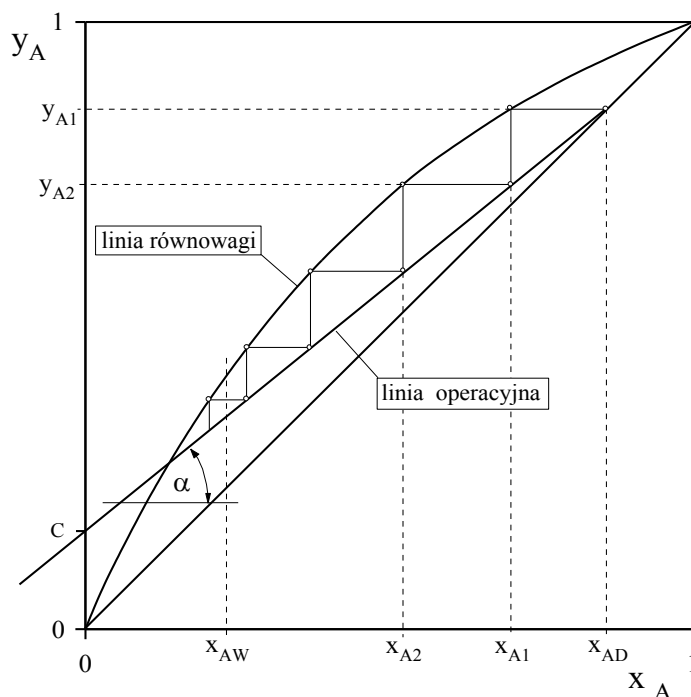
Zestaw ten otrzymuje się wbudowując kolumnę półkową lub wypełnioną między kocioł destylacyjny a skraplacz w instalacji do destylacji kotłowej.

Jeden cykl rektyfikacji okresowej obejmuje następujące czynności:

- napełnienie kotła surówką,
- podgrzanie zawartości kotła do temperatury początkowej wrzenia,
- odbiór destylatu, aż do osiągnięcia założonego stopnia rozdziału,
- opróżnienie kotła z cieczy wyczerpanej.

Istnieją dwa różne sposoby prowadzenia obliczeń procesów rektyfikacyjnych. Pierwszy - oparty na teorii dyfuzji i drugi - posługujący się pojęciem kolumny idealnej o półkach teoretycznych, a uwzględniający opory dyfuzyjne poprzez tzw. sprawność półki.

Przystępując do wyznaczenia wymaganej liczby półek teoretycznych w kolumnie rektyfikacyjnej, należy dysponować danymi dotyczącymi stanu równowagi układu ciecz-para dla mieszaniny poddawanej rektyfikacji. Dane tego rodzaju podaje literatura, np. praca [1]. W przypadku mieszanin dwuskładnikowych, dogodnie jest posługiwać się w obliczeniach wykresem równowagowym $y_A^* = f(x_A)$ sporządzonym dla ciśnienia pod którym przebiegać ma rektyfikacja, a wyznaczanie liczby półek teoretycznych prowadzić w sposób graficzny, rys. 2.



Rys.2. Wyznaczanie liczby pólk teoretycznych metodą McCabe'a - Thielego
 W tym celu, w układzie współrzędnych y_A , x_A wykreśla się krzywą równowagi dla danego układu oraz linię operacyjną, podającą związek między stężeniami cieczy i pary, spotykającymi się pomiędzy półkami. Jej równanie ma postać

$$y_A = \left(\frac{\psi}{\psi+1} \right) x_A + \left(\frac{1}{\psi+1} \right) x_{AD}, \quad (1)$$

gdzie: y_A , x_A - udział molowy składnika A w parze i w cieczy w danym przekroju kolumny, -;

x_{AD} - udział składnika A w destylacie, -;

$\psi = \frac{R}{D}$ - liczba powrotu (orosienia).

Do wykreślenia linii operacyjnej potrzebna jest znajomość współrzędnych dwu punktów. Ponieważ przy całkowitej kondensacji par w skraplaczu, stężenie składnika A w orosieniu (zasilającym pierwszą od góry półkę w kolumnie) jest równe stężeniu tego składnika w parze opuszczającej kolumnę, „górny” skrajny punkt linii operacyjnej musi leżeć na linii $y_A = x_A$, a więc na przekątnej. Odmierzając na osi odciętych wartość x_{AD} , znajduje się na przekątnej wartość $y_{AI} = x_{AD}$. Linię operacyjną przechodzącą przez tak znaleziony punkt można wykreślić, odmierzając jej kąt nachylenia α , przy czym

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{\psi}{\psi+1}, \quad (2)$$

lub odmierzając na osi rzędnych dla punktu $x_A = 0$ odcinek

$$\overline{OC} = \left(\frac{1}{\psi+1} \right) x_{AD}. \quad (3)$$

Liczba powrotu dla rektyfikacji okresowej wyznaczana jest wg zależności

$$\psi = z \psi_{\min}, \quad (4)$$

gdzie: z - współczynnik zwiększający liczbę powrotu,

ψ_{\min} - liczba powrotu minimalnego liczona jako

$$\psi_{\min} = \frac{x_{AD} - y_{AW}^*}{y_{AW}^* - x_{AW}}. \quad (5)$$

Liczba pólk teoretycznych równa jest liczbie schodków (pomniejszonej o jeden schodek odpowiadający cieczy w samym kotle), które można wrysować pomiędzy linię operacyjną a linię równowagi do punktu odpowiadającego założonemu stężeniu x_{AW} składnika A w wywarze.

Półki kolumn rektyfikacyjnych mogą być zastąpione warstwą wypełnienia,

po którym ścieka orosienie, przy czym para płynie od dołu ku górze. W tym przypadku dogodnie jest posługiwać się parametrem zwanym „wysokością równoważną półce teoretycznej” (WRPT). Pojęcie to oznacza taką wysokość warstwy wypełnienia, która daje taki sam efekt rektyfikacyjny, jak jedna półka teoretyczna. Wprowadzenie (WRPT) umożliwia przeliczenie kolumny półkowej na równoważną jej kolumnę z warstwą wypełnienia o wysokości

$$H = n_t \text{ (WRPT)} \quad (6)$$

gdzie: n_t - liczba półek teoretycznych.

Literatura podaje dużo doświadczalnych wartości (WRPT), z równoczesnym wyszczególnieniem wymiarów i wysokości warstwy wypełnienia, średnicy kolumny i (niekiedy) prędkości masowej cieczy lub gazu (liczonych na pustą kolumnę). Istnieją również wzory empiryczne, bez uzasadnienia teoretycznego, określające (WRPT) z pewnym przybliżeniem. Przykładowo

$$\text{WRPT} = 8,8 \cdot 10^{-4} \frac{a_6}{a} \frac{M_c \rho_{c,0}}{T} \quad (7)$$

gdzie: $a_6 \approx 790$ - powierzchnia jednostkowa pierścieni Raschiga o średnicy 6 mm, m^2/m^3 ,

a - powierzchnia jednostkowa wypełnienia rozpatrywanego, m^2/m^3 ,

$\rho_{c,0}$ - gęstość cieczy w temp. 0°C , kg/m^3 ,

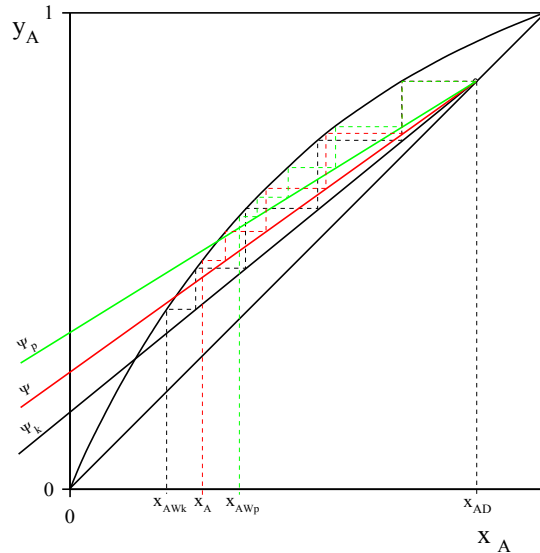
T - temperatura bezwzględna, K,

M_c - masa molowa cieczy, kg/kmol .

Istnieją zasadniczo dwa sposoby prowadzenia procesu rektyfikacji okresowej - rektyfikacja przy stałym składzie destylatu ($x_{AD} = \text{const}$) oraz rektyfikacja przy stałym powrocie $\Psi = \text{const}$.

Przebieg rektyfikacji przy stałym składzie destylatu zilustrowano na rys. 3. Wprowadzona do kotła surówka w ilości W_p wykazuje stężenie początkowe składnika bardziej lotnego x_{AWp} . Przy końcu procesu, ilość mieszaniny w kotle W_k jest znacznie mniejsza, a jej stężenie wynosi x_{AWk} . Chcąc utrzymać stały skład destylatu, pomimo zmiany stężenia cieczy w kotle, należy wraz z upływem czasu trwania rektyfikacji zwiększać orosienie. Proces ten na wykresie równowagowym będzie przebiegać w ten sposób, że linia operacyjna stale przechodzi przez punkt A (co odpowiada stałości składu odbieranego destylatu), zmieniając jednocześnie swoje pochylenie odpowiednio do zmienianego powrotu od ψ_p do ψ_k ; przy czym liczba półek pozostaje stale taka sama. Całkowitą ilość destylatu otrzymanego podczas jednego cyklu oblicza się na podstawie bilansu masy składnika A, wykorzystując równanie

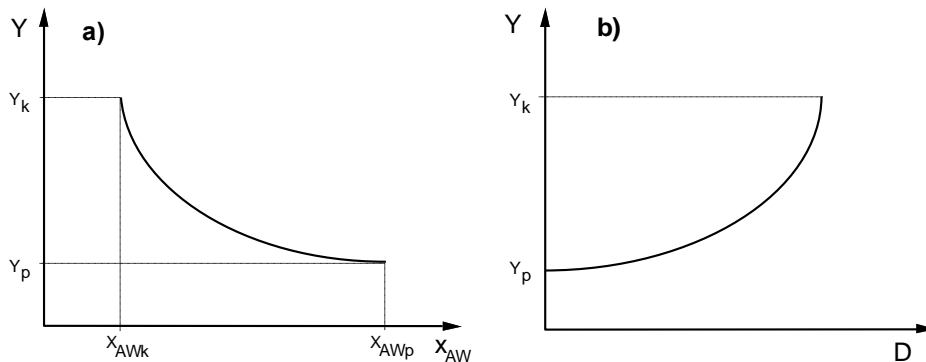
$$D = W_p \frac{x_{AWp} - x_{AWk}}{x_{AD} - x_{AWk}} \quad (8)$$



Rys.3. Przebieg linii operacyjnych podczas rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu

w którym indeksy „p” i „k” dotyczą początku i końca procesu.

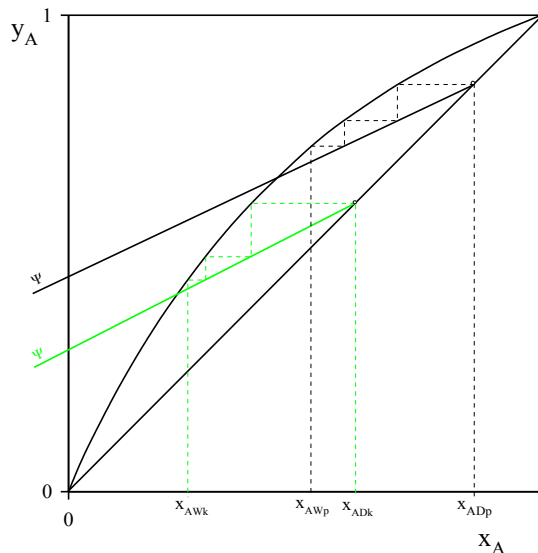
Zmiany liczby powrotu podczas rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Zmiana liczby powrotu w rektyfikacji okresowej przy stałym składzie destylatu
a) w zależności od składu wywaru, b) w zależności od ilości otrzymywanego destylatu

Podczas prowadzenia procesu rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie,

będzie zmieniać się zarówno skład cieczy w kotle jak i skład odbieranego destylatu. Wraz z upływem czasu, stężenie składnika lotniejszego w destylacie maleje, co stanowi wadę tego sposobu prowadzenia rozdziału składników surówki. Rektyfikacja przy stałym powrocie jest jednak znacznie łatwiejsza do prowadzenia, gdyż nie wymaga stałej regulacji ilości orosienia. Interpretację przebiegu procesu przedstawiono na rys. 5.



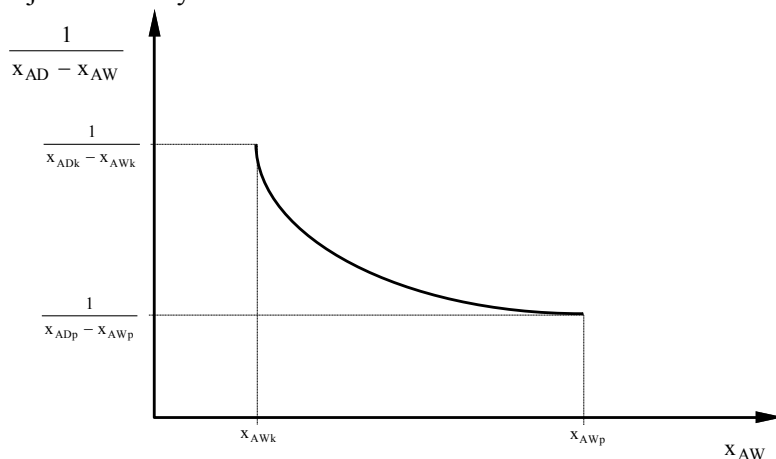
Rys.5. Zmiany stężenia destylatu i wywaru podczas rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie

Składy wywaru i destylatu związane są ze sobą szeregiem linii operacyjnych o stałym nachyleniu ($\psi = \text{const}$), przy czym w każdym przypadku pomiędzy linię operacyjną a linię równowagi można wrysować taką samą liczbę „schodków” (półek teoretycznych). Końcową ilość cieczy w kotle, przy założeniu jej końcowego wymaganego składu x_{AWk} oraz znajomości składu surówki x_{AWp} , można wyznaczyć z zależności

$$\ln \frac{W_p}{W_k} = \int_{x_{AWk}}^{x_{AWp}} \frac{dx_{AW}}{x_{AD} - x_{AW}} \quad (9)$$

Rozwiązanie powyższego równania nastęrcza pewne trudności wynikające ze ścisłego związku pomiędzy (zmiennym w czasie) składem destylatu i wywaru. W celu obliczenia wartości całki w równaniu (9), należy zbudować wykres funkcji $\frac{1}{x_{AD} - x_{AW}} = f(x_{AW})$, (rys.6). Wartości osi odciętych na tym wykresie wynikają ze związków pomiędzy x_{AD} i x_{AW} otrzymanych na podstawie analizy

rys. 5. Splanimetrowanie pola powierzchni pod tak powstałą krzywą lub wyznaczenie funkcji matematycznej aproksymującej tę krzywą, a następnie jej analityczne scałkowanie, pozwala na rozwiązanie równania (9) względem końcowej ilości cieczy w kotle.



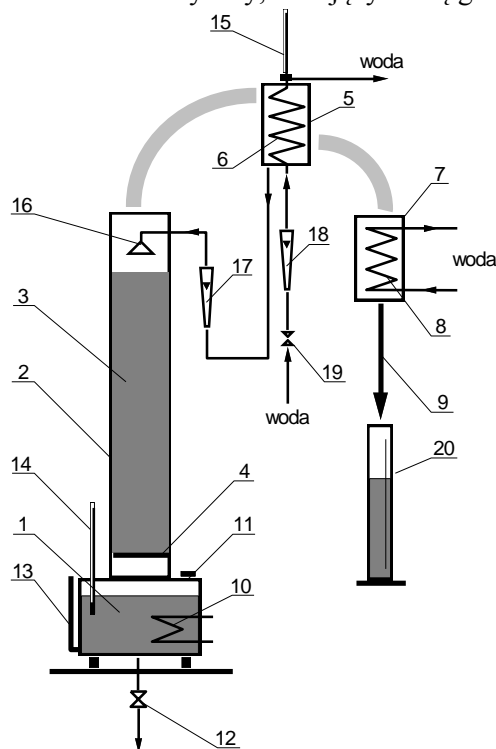
Rys. 6. Wykres ułatwiający wyznaczenie wartości prawej strony równania (9)

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 7.

W jego skład wchodzi kocioł (1), na którym zamontowano stalową rurę o średnicy 120 mm i wysokości 700 mm stanowiącą płaszcz kolumny rektyfikacyjnej (2). Wewnątrz kolumny, na ruszcie (4) usypana jest warstwa wypełnienia (3) o wysokości 600 mm, utworzonego ze zwykłych pierścieni o wymiarze 10x10x1 mm. Do kotła poprzez otwór (11) wlewana jest surówka do poziomu kontrolowanego cieczowskazem (13). Surówka ta doprowadzana jest do stanu wrzenia grzałkami elektrycznymi (10) zasilanymi poprzez autotransformator. Temperaturę surówki mierzy termometr (14), natomiast spust wywaru po zakończeniu cyklu pracy kolumny, umożliwia zawór (12). Wytworzona w kotle para, po przejściu przez warstwę wypełnienia, trafia do deflegmatora (5) gdzie zostaje częściowo skroplona, a powstały kondensat jest zawracany do kolumny jako orosienie. Strumień orosienia jest mierzony rotametrem (17), a rozprowadzenie cieczy w kolumnie następuje za pośrednictwem zraszacza (16). Deflegmator chłodzony jest wodą która przepływa wewnętrzną wężownicą miedzianą (6). Strumień wody chłodzącej reguluje zawór (19), a mierzy rotometr (18). Temperatura wody chłodzącej po przejściu przez deflegmator jest wskazywana przez termometr (15). Nieskondensowana w deflegmatorze część oparów, trafia do chłodnicy

końcowej (7), w której jest całkowicie skraplana i odbierana w postaci ciekłego destylatu do menzurki (20). Jako ciecz chłodząca w chłodnicy końcowej wykorzystywana jest woda, płynąca wewnątrz miedzianej wężownicy (8). Kocioł wraz z kolumną i skraplaczami zamontowano na stole, na którym umieszczono również układ elektryczny, sterujący mocą grzałek elektrycznych.



Rys. 7. Schemat kolumny wypełnionej do rektyfikacji okresowej.

1-kocioł, 2-kolumna rektyfikacyjna, 3-wypełnienie, 4-ruszt, 5-deflegmator, 6-spirala miedziana, 7-chłodnica, 8-spirala miedziana, 9-wypływ destylatu, 10-grzałki elektryczne, 11-otwór wlewowy surówki, 12-zawór spustowy wywaru, 13-cieczowskaz, 14-termometr surówki, 15-termometr wody chłodzącej deflegmator, 16-zraszacz, 17-rotametr orosienia, 18-rotametr wody chłodzącej, 19-zawór regulacyjny, 20-menzurka pomiarowa destylatu.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia rektyfikacji okresowej przy stałym powrocie mieszaniny woda-etanol należy:

- a) przygotować 10 litrów surówki zawierającej (3 ÷ 5) % mas. etanolu;
- b) wlać surówkę do kotła;
- c) regulując autotransformatorem moc grzałek w kotle, doprowadzić surówkę

- do stanu wrzenia (temperatura ok. 95 °C);
- regulując zaworem (19) strumień wody chłodzącej deflegmator doprowadzić do zraszania kolumny stałym strumieniem orosienia. Strumień orosienia kontrolować rotametrem (17);
 - włączyć przepływ wody chłodzącej w chłodnicy (7);
 - od chwili rozpoczęcia odbioru destylatu z instalacji rektyfikacyjnej, mierzyć czas uzyskiwania w menzurce jego określonej ilości;
 - regulując moc grzania kotła oraz strumień wody chłodzącej deflegmator, (a tym samym utrzymując stałą wartość liczby powrotu), prowadzić proces rektyfikacji do chwili uzyskania 200 ml destylatu;
 - wyniki notować w tabeli;

Rektyfikacja okresowa przy stałym powrocie					
Rodzaj aparatu: kolumna rektyfikacyjna wypełniona					
Rodzaj wypełnienia: pierścienie (10x10x1) mm.					
Skład rektyfikowanej mieszaniny: etanol- woda					
Początkowa ilość surówki: Stężenie etanolu w surówce:					
Ilość otrzymanego destylatu: Stężenie etanolu w destylacie:					
Czas	Objętość destylatu	Temperatura w kotle	Strumień orosienia	Temperatura wody w deflegmatorze	
				wlot	wylot
s	ml	° C	l/h	° C	° C
...					
...					

- po zakończeniu rektyfikacji wyłączyć ogrzewanie kotła i zamknąć przepływ wody przez deflegmator i chłodnicę;
- za pomocą alkoholomierza aerometrycznego określić stężenie uzyskanego destylatu.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

- Na podstawie zaczerpniętych z [1] danych odnośnie do składów równowagowych cieczy i pary układu etanol-woda pod ciśnieniem atmosferycznym, wykreślić krzywą równowagi $y_A^* = f(x_A)$.
- Na podstawie równań (6) i (7) określić liczbę pól teoretycznych w kolumnie.
- Na podstawie zmierzonego rotametrem średniego strumienia orosienia oraz obliczonego średniego strumienia otrzymywanego z chłodnicy końcowej

- destylatu, wyznaczyć liczbę powrotu z równania definicyjnego tej wielkości.
4. Na wykres równowagowy $y_A^* = f(x_A)$ nanieść szereg linii operacyjnych o nachyleniu wynikającym z wartości obliczonej liczby powrotu.
 5. Wrysowując „schodki” (ich liczba wynika z wartości otrzymanej w pkt. 2) pomiędzy linię równowagi i kolejne linie operacyjne, określić związek pomiędzy x_{AD} i x_{AW} i na tej podstawie sporządzić wykres jak na rys. 6.
 6. Stosując metodę najmniejszych kwadratów wyznaczyć matematyczną postać funkcji $\frac{1}{x_{AD}-x_{AW}} = f(x_{AW})$ i scałkować ją w granicach zgodnych z postacią równania (9).
 7. Na podstawie lewej strony równania (9) wyznaczyć końcową ilość cieczy w kotle.
 8. Na podstawie różnicy $W_p - W_k$ określić obliczeniową ilość destylatu i porównać ją z ilością otrzymaną eksperymentalnie.
 9. Obliczyć średni skład destylatu

$$x_{A,W,\text{sr}} = \frac{W_p x_{A,W,p} - W_k x_{A,W,k}}{D}$$

oraz porównać uzyskaną wartość ze składem uzyskanym w pomiarach bezpośrednich.

10. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, skrypt PO, nr 189, Opole 1996
- [2] BANDROWSKI J., TRONIEWSKI L.: Destylacja i rektyfikacja, skrypt Pol. Śl. nr 1954, Gliwice 1996
- [3] FILIPCZK G., WITCZAK St.: Konstrukcja aparatury procesowej, skrypt PO, nr 175, Opole 1995

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Istota procesu rektyfikacji.
2. Sposoby prowadzenia rektyfikacji okresowej.
3. Wyposażenie wewnętrzne kolumn rektyfikacyjnych.
4. Charakterystyka półki teoretycznej i znaczenie (WRPT).
5. Równowaga międzyfazowa ciecz-para.

Ćwiczenie 12:

SUSZENIE CIAŁ STAŁYCH

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z przebiegiem suszenia ciał stałych wraz z określeniem kinetyki procesu.

2. WIADOMOŚCI TEORETYCZNE

Suszenie jest procesem jednoczesnego przepływu ciepła i masy, polegającym na usunięciu z materiału suszonego wilgoci za pomocą czynnika suszącego. W przeważającej liczbie przypadków wilgoć zawartą w materiale suszonym stanowi woda, natomiast jako czynnik suszący wykorzystywane jest powietrze o określonych parametrach procesowych.

Prowadzenie suszenia wymaga dostarczania ciepła, a ze względu na jej pochodzenie proces przebiegać może w sposób:

- naturalny - gdy ciepło zużywane do suszenia pobierane jest bezpośrednio z powietrza atmosferycznego;
- sztuczny - gdy ciepło zużywane do suszenia wytwarzane jest w wyniku wykorzystania nośników energii.

Aparaty w których prowadzone jest suszenie (zwane suszarkami) można podzielić ze względu na sposób doprowadzenia w nich ciepła do materiału. Stosując to kryterium podziału, wyróżnia się suszarki:

- konwekcyjne - ciepło dostarczane jest wraz ze strugą czynnika suszącego omywającego materiał suszony;
- kontaktowe - ciepło dostarczane jest do materiału suszonego poprzez jego bezpośredni kontakt z powierzchnią grzejną;
- promieniowe - ciepło dostarczane jest do materiału suszonego na drodze promieniowania cieplnego.

Jednym z bardzo ważnych parametrów określających stan czynnika suszącego lub materiału suszonego jest ich wilgotność. Dla określenia ilości wilgoci (zwykle pary wodnej) zawartej w czynniku suszącym (zwykle powietrzu), wykorzystywane jest pojęcie wilgotności bezwzględnej czynnika

suszącego. Wykorzystując symbolikę oznaczeń stosowaną w zagadnieniach wymiany masy, wilgotność bezwzględną powietrza zdefiniować można jako stosunek masowy

$$W_A = \frac{m_A}{m_{p.s.}}, \quad (1)$$

gdzie: W_A - wilgotność bezwzględna powietrza, kg H₂O/kg p.s.

m_A - masa wody, kg;

$m_{p.s.}$ - masa powietrza suchego (zupełnie pozbawionego wilgoci), kg.

W celu określenia stanu nasycenia czynnika suszącego wilgocią, dogodnie jest posługiwać się pojęciem wilgotności względnej

$$\varphi = \frac{p_A}{p_{A,n}} \Big|_{t=\text{const}}, \quad (2)$$

gdzie: p_A - ciśnienie cząstkowe pary wodnej w powietrzu o temperaturze t ,

$p_{A,n}$ - ciśnienie nasycenia pary wodnej w temperaturze t .

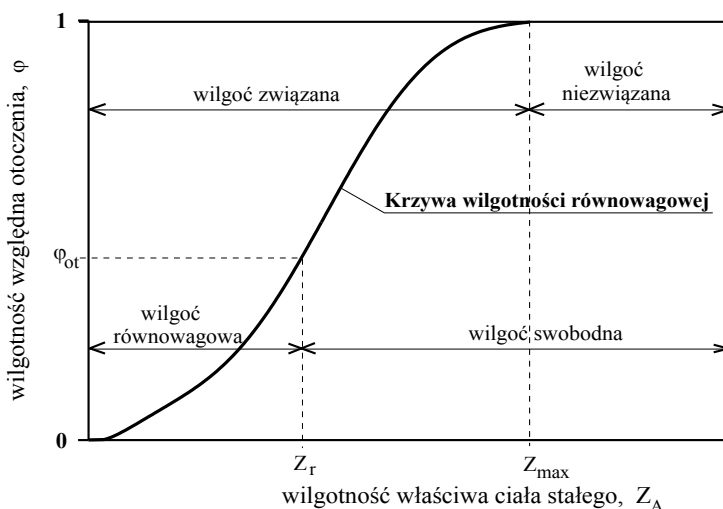
Dla powietrza suchego $\varphi = 0$, natomiast dla nasyconego wilgocią $\varphi = 1$. Powietrze przesycone wilgocią (zamglone lub zaszczone) nie ma praktycznego zastosowania w suszarnictwie. Warto w tym miejscu dodać, że działanie przyrządów pomiarowych określających wilgotność gazów opiera się na pomiarze stanu ich nasycenia parą wodną, a nie na pomiarze ilości tej pary w odniesieniu do ilości gazu, czyli wilgotności bezwzględnej.

Do opisu stanu zawilgocenia materiału suszonego stosowane są natomiast takie pojęcia jak:

- wilgotność bezwzględna (właściwa) - jest to stosunek masy wilgoci zawartej w materiale do masy materiału suchego;
- wilgotność równowagowa - jest to taka wilgotność właściwa materiału suszonego przy której zawarta w nim wilgoć jest w stanie równowagi z parą wodną zawartą w czynniku suszącym (otoczeniu). Jest to równocześnie minimalna wilgotność do której można wysuszyć materiał w danych warunkach prowadzenia procesu;
- wilgoć związana - ciecz zawarta w materiale wilgotnym dla której ciśnienie cząstkowe pary jest mniejsze niż ciśnienie cząstkowe pary nasyconej w danej temperaturze. Jest to tzw. wilgoć higroskopijna;
- wilgoć niezwiązana - jest to ciecz zawarta w materiale wilgotnym i stanowiąca nadmiar w stosunku do wilgoci związanej;
- wilgoć swobodna - jest to wilgoć w materiale, będąca w nadmiarze w stosunku do wilgotności równowagowej. Jest to zatem ta ilość wilgoci którą

można usunąć z materiału w danych warunkach prowadzenia procesu suszenia.

Wzajemne relacje pomiędzy wymienionymi wyżej wielkościami, przedstawiono w sposób poglądowy na rys. 1.



Rys. 1. Ilustracja rodzajów wilgoci

Istotny wpływ na przebieg procesu suszenia ma budowa wewnętrzna ciał stałych poddawanych temu procesowi. Z tego względu materiały suszone dzieli się na 3 grupy:

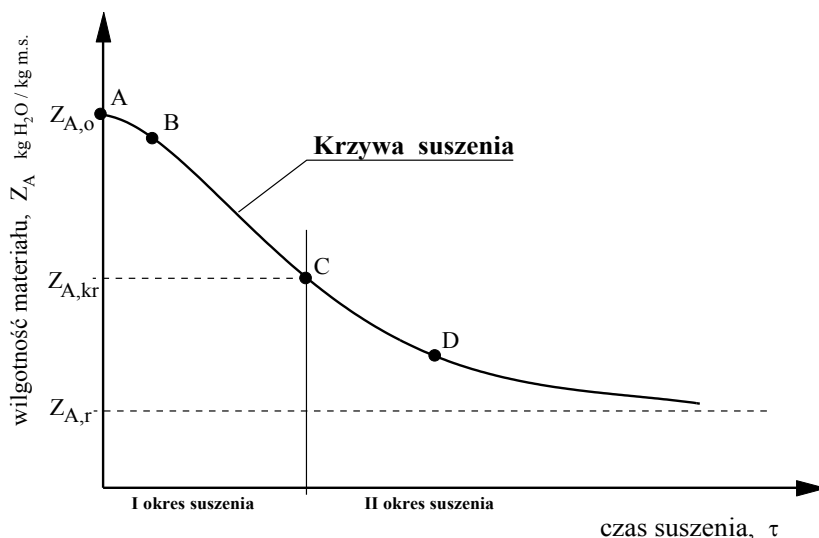
- ciała koloidalne - które w procesie suszenia wyraźnie zmieniają swoje wymiary liniowe (kurczą się) zachowując właściwości elastyczne (np. żelatyna);
- ciała kapilarno-porowate - które podczas suszenia stają się kruche i nieznacznie kurczą się (np. wilgotny piasek, niektóre materiały ceramiczne);
- ciała kapilarno-porowate koloidalne - które pęcznieją podczas pochłaniania wilgoci zachowując cechy elastyczności (np. drewno, karton, skóra).

Z budową wewnętrzną materiałów suszonych związane są bezpośrednio formy występowania w nim wilgoci. Do form tych można zaliczyć:

- wilgoć związaną chemicznie - poprzez jony wodorotlenkowe (OH^-) lub w formie krystaloidów (związek chemiczny $\cdot n \text{H}_2\text{O}$);
- wilgoć związaną adhezyjnie - siłą adhezji (przylegania) pomiędzy cząstkami cieczy a cząstkami ciała stałego;
- wilgoć kapilarną - utrzymywaną w kapilarach siłą napięcia powierzchniowego;

- wilgoć osmotyczną - zawartą w zamkniętych porach materiału, do których przedostaje się ona na drodze osmozy.

Przebieg procesu suszenia dogodnie jest analizować na podstawie krzywych kinetycznych. Na rys. 2 przedstawiono krzywą suszenia, czyli obraz zmian wilgotności bezwzględnej materiału w trakcie trwania procesu usuwania z niego wilgoci. Z rysunku tego wynika, że po okresie wstępnym w którym ma

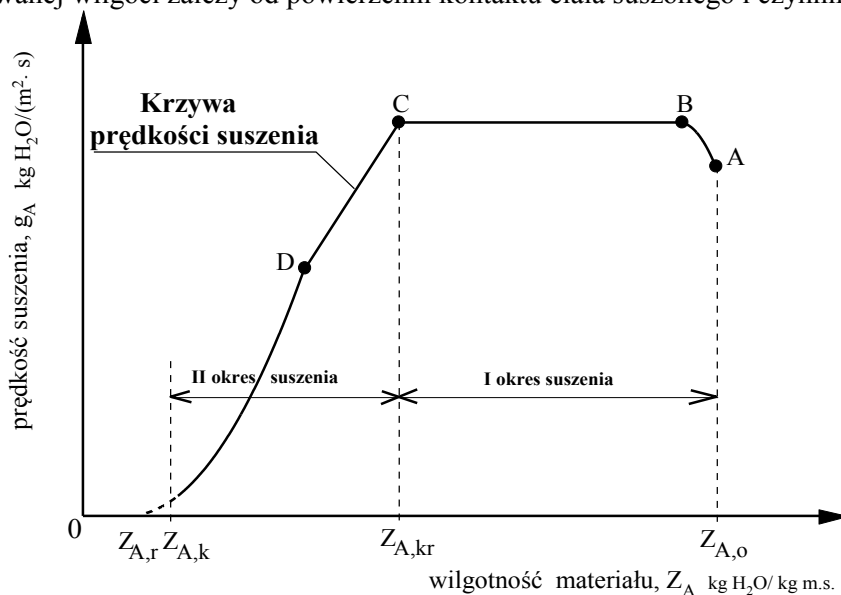


Rys. 2. Krzywa suszenia dla warunków ustalonych

miejsce podgrzewanie wprowadzonego do suszarki materiału o wilgotności początkowej $Z_{A,0}$ (odcinek AB), rozpoczyna się okres jednostajnego zmniejszania wilgotności materiału (odcinek BC). Po przekroczeniu punktu C na powierzchni materiału zaczynają pojawiać się „suche plamy” i zmiany wilgotności w czasie nie są już jednostajne. Punkt C nosi nazwę pierwszego punktu krytycznego, a odpowiadającą mu wilgotność nazywa się wilgotnością krytyczną. Wartości tej wilgotności, jako parametru charakterystycznego dla danego materiału, podaje literatura, np. [1]. Wraz z dalszym upływem czasu, zmiany wilgotności są coraz to mniejsze. Przekroczony zostaje na krzywej punkt D (drugi punkt krytyczny), który odpowiada całkowitemu usunięciu wilgoci z powierzchni, a dalej krzywa suszenia zbliża się asymptotycznie do wartości wilgotności równowagowej.

Druga z krzywych kinetycznych, to przedstawiona na rys. 3 krzywa prędkości suszenia. Prędkość suszenia definiowana jest jako ilość wilgoci odprowadzanej z materiału o określonej powierzchni w jednostce czasu, stanowi zatem gęstość strumienia masowego wody. Dla określenia ilości

usuwanej wilgoci można posłużyć się oceną zmian wilgotności bezwzględnej materiału w czasie. Pamiętając, że prędkość suszenia jest odnoszona do masy materiału suchego oraz, że zmniejsza się z upływem czasu, a także, że ilość usuwanej wilgoci zależy od powierzchni kontaktu ciała suszonego i czynnika



Rys. 3. Krzywa prędkości suszenia dla warunków ustalonych

suszącego, równanie opisujące prędkość suszenia można zapisać w postaci

$$g_A = - \frac{m dZ_A}{F d\tau} \quad (3)$$

gdzie: g_A - gęstość strumienia masy wilgoci (prędkość suszenia), $\text{kg H}_2\text{O}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$

m - masa materiału suchego, kg m.s. ;

Z_A - wilgotność właściwa materiału, $\text{kg H}_2\text{O}/\text{kg m.s.}$;

F - powierzchnia materiału suszonego, m^2 ;

τ - czas, s.

Jak wynika z przebiegu krzywej przedstawionej na rys. 3, po podgrzaniu materiału w komorze suszarki (odcinek AB), następuje okres stałej prędkości suszenia (odcinek BC), który kończy się w momencie osiągnięcia przez materiał wilgotności krytycznej $Z_{A,kr}$. Okres ten nosi nazwę I okresu suszenia, bądź też okresu stałej prędkości suszenia, a wilgoć usuwana jest jedynie z powierzchni materiału. Po utworzeniu się na powierzchni „suchych plam”, wilgoć transportowana jest w tych miejscach z głębszych warstw materiału, co powoduje zwiększenie oporów ruchu masy, a tym samym, zmniejszenie

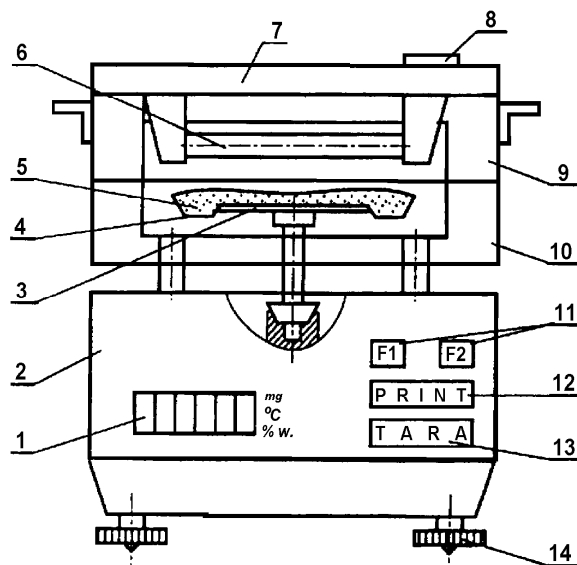
prędkości suszenia. Po przekroczeniu punktu D, wilgoć usuwana jest jedynie z wnętrza materiału. Okres w którym prędkość suszenia zmniejsza się nazywamy II okresem suszenia, a dokładny kształt krzywej w tym zakresie jest zależny w dużym stopniu od budowy wewnętrznej ciała suszonego. Punkt końcowy na krzywej prędkości suszenia odpowiada wilgotności równowagowej $Z_{A,r}$, lecz w praktyce proces kończy się po osiągnięciu przez materiał założonej wilgotności końcowej $Z_{A,k}$.

Trzecim typem krzywych kinetycznych są tzw. krzywe temperaturowe pozwalające na obserwację zmian temperatury powierzchni i wnętrza materiału suszonego w zależności od jego wilgotności właściwej.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

W niniejszym ćwiczeniu, do badania przebiegu procesu suszenia wykorzystywana jest wagosuszarka. Jest to urządzenie składające się z ogrzewanej radiacyjnie komory suszarniczej, zamontowanej na elektronicznej wadze analitycznej. Takie rozwiązanie pozwala w sposób ciągły obserwować zmiany masy materiału suszonego w trakcie trwania procesu usuwania wilgoci.

Schemat wagosuszarki przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Schemat budowy wagosuszarki WS 30

1 - wyświetlacz cyfrowy, 2 - waga WPE 300, 3 - szalka wagi, 4 - komora suszenia, 5 - materiał suszony, 6 - promiennik ciepła, 7 - pokrywa z otworem wentylacyjnym, 8 - wyłącznik zasilania, 9 - obudowa uchylna, 10 - obudowa

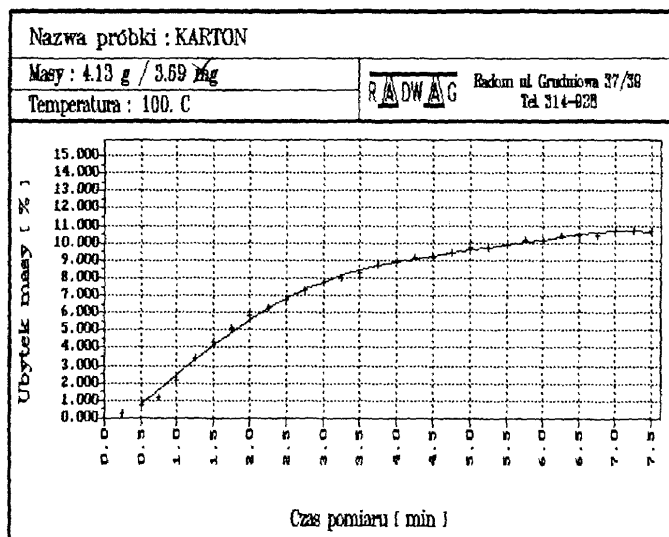
stała, 11 - przyciski funkcyjne, 12 - przycisk wydruku, 13 - przycisk tarowania, 14 - pokrętła poziomujące

Maksymalna masa próbki poddawanej suszeniu wynosi 30g, a temperaturę suszenia można regulować w zakresie (50÷140) °C. W trakcie pracy wagosuszarki, na wyświetlaczu cyfrowym odczytywać można procentowy ubytek masy materiału suszonego, a tym samym określać ilość usuwanej wilgoci, zgodnie z równaniem

$$m_A = m_{m.w.} \cdot \left(1 - \frac{\% \text{ mas}}{100} \right) \quad (4)$$

gdzie: $m_{m.w.}$ - początkowa masa materiału wilgotnego, kg.

Istnieje również możliwość współpracy wagosuszarki z drukarką (na którą wprowadzane są na bieżąco wyniki pomiarów) lub też z komputerem klasy PC. W przypadku współpracy z komputerem, na ekranie monitora kreślony jest wykres obrazujący ubytek masy badanej próbki materiału w funkcji czasu suszenia. Wykres uzupełnić można informacjami co do rodzaju materiału, początkowej i końcowej (po wysuszeniu) masy próbki, a także temperaturze procesu. Pomiar kończy się automatycznie, w chwili masa materiału suszonego przestaje ulegać zmianie. Program komputerowej obsługi wagosuszarki umożliwia przybliżenie uzyskanych wyników wielomianem aproksymacyjnym stopnia od 1 do 9. Przykładowy wykres uzyskany na ekranie monitora przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Zmiana masy próbki kartonu w trakcie jej suszenia w wagosuszarce

Ponieważ wagosuszarka określa ubytek masy materiału suszonego a nie zmiany jego wilgotności właściwej, to dla sporządzenia krzywych kinetycznych suszenia należy dokonać przeliczenia

$$Z_A = \frac{m_{m.w.}}{m_{m.s.}} \left(1 - \frac{\% \text{ mas}}{100} \right) \approx \frac{m_p}{m_k} \left(1 - \frac{\% \text{ mas}}{100} \right) \quad (5)$$

gdzie: m_p , m_k - masa początkowa i końcowa badanej próbki.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

Wykorzystując wagosuszarkę w celu przeprowadzenia pomiarów zmian masy materiału suszonego w czasie, a tym samym określenia zmian jego wilgotności, należy:

- a) załączyć urządzenie wyłącznikiem sieciowym - na wyświetlaczu pojawi się liczba **<15.00>** malejąca do zera, oznaczająca czas stabilizacji termicznej wagi;
- b) po odliczeniu czasu stabilizacji termicznej (gdy na wyświetlaczu wagi pojawi się **<dE1>**), wcisnąć przycisk wyboru urządzenia współpracującego (**F1** - drukarka, **F2** - komputer) i zatwierdzić wybór przyciskiem F1. (wskazanie **<dE1>** oznacza współpracę z komputerem). Wybrać współpracę z komputerem;
- c) po ukazaniu się na wyświetlaczu **<LOAD>** i po upewnieniu się, że wewnątrz komory suszarniczej znajduje się szalka wagi, wcisnąć przycisk **TARE**;
- d) wyjąć z komory suszarniczej szalkę wagi, umieścić na niej badaną próbkę i ponownie umieścić w komorze suszarniczej - na wyświetlaczu pokaże się masa netto próbki;
- e) w celu ustalenia temperatury suszenia wcisnąć przycisk F1. Na wyświetlaczu pokaże się **<oC50>** - wartość temperatury można zmieniać w zakresie (50÷140) °C wciskając przycisk F2;
- f) wciśnięcie F1 zatwierdza ostatni wybór temperatury oraz umożliwia ustawienie czasu próbkowania, na wyświetlaczu pojawi się **<SEC5.0>** - wciskając F2 można ustawić czas próbkowania co 5, 10, 15 oraz 20 sekund;
- g) wciśnięcie F1 zatwierdza ostatni wybór czasu próbkowania, na wyświetlaczu pojawi się napis **<rEADy>**, wagosuszarka jest gotowa do pracy;
- h) uruchomić program **WAGA.EXE**. (C:/WAGA/SUSZENIE/...) na współpracującym z wagosuszarką komputerze;

- i) uruchomić program uaktywniając w nim opcję **Start**;
- j) uruchomić wagosuszarkę wciskając **F1** (na panelu sterowania wagosuszarki);
- k) po zakończeniu pomiaru wagosuszarka wyłącza się samoczynnie, a na wyświetlaczu wagi pojawi się masa końcowa próbki;
- l) program komputerowy przechodzi do procedury analizy danych;
- m) wykorzystując opcje programu obsługujące utworzony na ekranie monitora wykres, znaleźć postać wielomianu aproksymującego otrzymany zbiór punktów doświadczalnych;
- n) na podstawie wielomianu i równania (5) wyznaczyć wilgotność właściwą badanej próbki w kolejnych odstępach czasu trwania suszenia.
- o) wyniki zanotować w poniższej tabeli.

Suszenie ciała stałego		
Materiał suszony:		
Powierzchnia próbki materiału suszonego: $F = \dots m^2$		
Masa materiału przed suszeniem: $m_p = \dots g$		
Masa materiału wysuszonego: $m_k = \dots g$		
Temperatura suszenia: °C		
Współczynniki wielomianu $\Delta m = A + B t + C t^2 + D t^3 + \dots$		
A=.....	B=.....	C=..... D=.....
E=.....	F=.....	G=..... H=.....
czas suszenia próbki	ubytek masy próbki	wilgotność właściwa próbki
min	%	kg H ₂ O/kg m.s.
0,5		
1,0		
1,5		
....		

- p) Dla przeprowadzenia powtórnych pomiarów należy powtórzyć czynności opisane w pkt. b) ÷ j).

Uwaga. W przypadku suszenia materiału rozdrobnionego (proszku lub granulatu), jako powierzchnię z której usuwana jest wilgoć można przyjąć pole zewnętrznej powierzchni całej warstwy próbki po stronie czynnika suszącego. Dogodnie jest zatem suszyć materiał rozdrobniony w specjalnie uformowanym płaskim naczyniu otwartym (pudełku) o znanych wymiarach, umieszczonym wraz z próbką na szalce wagi. Tarowanie wagi

należy wtedy przeprowadzić wraz z umieszczonym na szalce naczyniem.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Zastępując różniczki w równaniu (3) różnicami, określić prędkość suszenia próbki w kolejnych odstępach czasu trwania procesu.
2. Wykreślić krzywą suszenia dla badanej próbki, jak na rys. 2.
3. Wykreślić krzywą prędkości suszenia dla badanej próbki, jak na rys. 3.
4. Na podstawie analizy powstałych wykresów określić wartość wilgotności krytycznej badanej próbki.
5. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] TRONIEWSKI L. i inni: Tablice do obliczeń procesowych, skrypt PO nr 189, Opole 1996
[2] STRUMIŁŁO CZ.: Podstawy teorii i techniki suszenia, WNT W-wa 1983

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Istota procesu suszenia i rodzaje suszarek.
2. Parametry charakteryzujące czynnik suszący.
3. Parametry charakteryzujące materiał suszony.
4. Charakterystyka pierwszego i drugiego okresu suszenia.
5. Związki pomiędzy budową wewnętrzną materiałów suszonych, sposobem wiązania w nich wilgoci a przebiegiem suszenia.

Ćwiczenie 13:

BADANIE PROCESU ADSORPCJI WODY Z POWIETRZA

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie pojemności adsorpcyjnej silikażelu (jego zdolności pochłaniania wilgoci) w procesie osuszania powietrza z pary wodnej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Adsorpcją nazywa się zjawisko ruchu masy polegające na wydzielaniu na powierzchni ciała stałego cząsteczek gazu lub cieczy wchodzących w skład otaczającego to ciała płynu. W odróżnieniu od opisywanej tu adsorpcji, proces pochłaniania gazów przez ciecz nazywany jest absorpcją. Proces absorpcji nie jest zjawiskiem powierzchniowym i zachodzi w całej objętości cieczy.

Metodą adsorpcji można, w stosunkowo prosty sposób, rozdzielać składniki płynnych mieszanin, nawet przy ich niewielkim stężeniu. Ciała stałe, na powierzchni których zachodzi adsorpcja zwane są adsorbentami, natomiast wydzielone z płynu cząsteczki określa się mianem adsorbatów. Aparaty w których prowadzone są procesy adsorpcji to adsorbery.

Jako adsorbenty stosuje się specjalne bardzo porowate materiały w postaci granulatów lub proszku. Wiązanie wydzielonych na ich powierzchni cząsteczek zachodzi pod wpływem działania sił Van der Waalsa. Składnik zaadsorbowany jest jednak bardzo słabo związany z powierzchnią adsorbentu. Fakt ten umożliwia stosunkowo łatwą regenerację warstwy materiału pochłaniającego, poprzez jego ogrzanie lub umieszczenie go w próżni. Główną zaletą procesu adsorpcji jest jego selektywność polegająca na powierzchniowym wiązaniu jedynie pewnych składników mieszaniny, podczas gdy inne składniki pozostają niezwiązane. Jako adsorbenty mogą być wykorzystywane jedynie te ciała stałe, które charakteryzuje duża powierzchnia reprezentowana przez jednostkę ich masy. Praktycznie stosowane adsorbenty powinny wykazywać:

- dużą selektywność, tzn. adsorbować tylko wybrane składniki, a nie pochłaniać innych;
- dużą zdolność nasycania się na jednostkę swojej masy, nawet wówczas, gdy stężenie adsorbowanego składnika w płynie jest niewielkie;

- łatwość przeprowadzania desorpcji (regeneracji);
- odporność chemiczną na przerabiane mieszaniny gazowe lub ciekłe, a także na wodę i parę przegrzaną;
- zdolność do wielokrotnej regeneracji ze względu na koszt adsorbentu;
- odporność termiczną i mechaniczną, np. na ścieralność.

Właściwości kilku stosowanych powszechnie w przemyśle adsorbentów przedstawiono w tabeli 1.

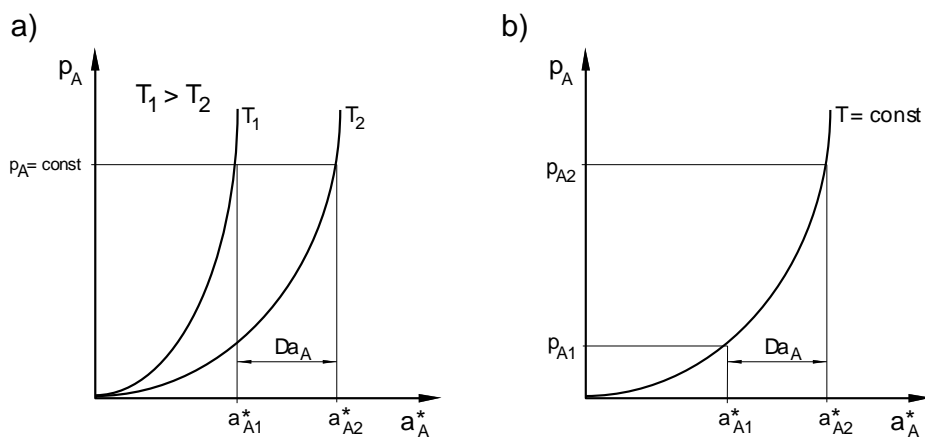
Tabela 1

Właściwości wybranych adsorbentów

Adsorbent	Silikażel	Aktywny tlenek glinu	Węgiel aktywny
Właściwość			
Główny składnik	SiO ₂	Al ₂ O ₃	C
Wielkość ziaren, mm	1÷5	2÷10	3÷10
Gęstość rzeczywista, kg/m ³	2200	3000	2000
Gęstość pozorną, kg/m ³	1100	1200	800
Gęstość usypowa, kg/m ³	700÷800	700÷850	400÷500
Objętość mikroporów, cm ³ /g	0,35÷0,45	0,40	0,25÷0,40
Objętość makroporów, cm ³ /g	<0,10	0,10	0,20÷0,40
Powierzchnia właściwa, m ² /g	600÷850	100÷400	1000÷1800

Adsorbenty, takie jak: silikażel i tlenki glinu, są hydrofilowe a ich pojemność jest oceniana zwykle na podstawie izotermy adsorpcji pary wodnej. Natomiast węgiel aktywny ma charakter hydrofobowy i adsorbuje przede wszystkim nie mieszające się z wodą niepolarne ciecze organiczne.

Izotermy adsorpcyjne, tzw. krzywe równowagi sorpcyjnej (rys.1), opisują



Rys.1. Wpływ zmian temperatury a) i ciśnienia cząstkowego b)

na równowagową zawartość adsorbentu w adsorbencie stany równowagi dla adsorpcji. Krzywe te przedstawiają równowagowe zależności pomiędzy ilością a_A danej substancji (adsorbentu) wydzielonej na powierzchni adsorbentu a ciśnieniem cząstkowym p_A tego składnika w otaczającej adsorbent mieszaninie gazowej. Adsorpcja jest procesem egzotermicznym. Przy adiabatycznym prowadzeniu procesu powoduje to nagrzewanie się złoża adsorbentu, a więc zmniejszenie jego zdolności adsorpcyjnej i zmianę przebiegu krzywej równowagi sorpcyjnej w kierunku niekorzystnym, (rys.1a). Aby utrzymać izotermiczny przebieg procesu, warstwę adsorbentu należy chłodzić. Jest to realizowane poprzez umieszczenie powierzchni chłodzących w samym złożu.

Przeważnie, proces adsorpcji prowadzi się w aparatach ze złożem stałym adsorbentu. Jego regeneracja realizowana jest zwykle jedną z trzech metod:

- przez podwyższanie temperatury adsorbentu. Ogrzewanie adsorbentu przez powierzchnie grzejne lub bezpośrednio gorącym gazem, zmienia warunki równowagi (rys.1a),
- przez obniżanie ciśnienia. Proces adsorpcji jest prowadzony przy ciśnieniu otoczenia. Zastosowanie podciśnienia nad złożem w trakcie regeneracji powoduje zmianę ciśnienia cząstkowego zaadsorbowanych składników, co w konsekwencji prowadzi do ich desorpcji z warstwy, (rys.1b),
- przez adsorpcję podstawieniową. Metoda ta polega na wypychaniu adsorbentu za pomocą innego składnika, który następnie podczas właściwej adsorpcji jest z kolei wypychany przez adsorbowany składnik.

W praktycznych zastosowaniach przemysłowych, adsorpcję stosuje się m.in. w następujących procesach:

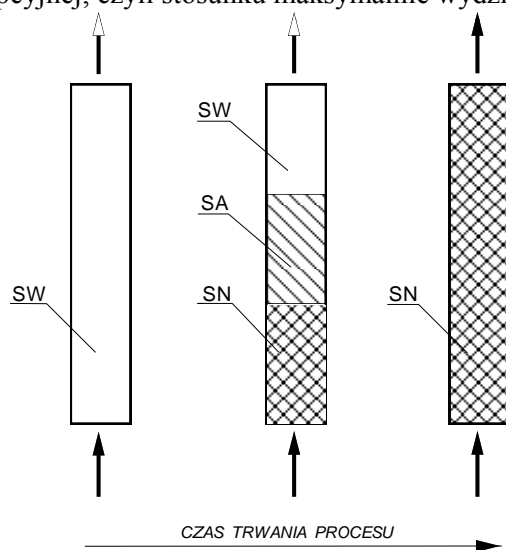
- osuszanie powietrza w klimatyzacji,
- odsiarczanie gazów,
- oczyszczanie wody pitnej i ścieków,
- rozdział węglowodorów,
- odbarwianie i oczyszczanie roztworów, itp.

Przebieg nasycania złoża adsorbentu w czasie przedstawiono na rys. 2.

W okresie trwania procesu można wyróżnić trzy strefy występujące wzdłuż wysokości złoża i zmieniające swoją wysokość:

- SN - strefa nasycenia: w której został osiągnięty stan równowagi i adsorpcja w niej już nie zachodzi,
- SA - strefa adsorpcji: złożo adsorbentu wiąże na swojej powierzchni adsorbowany składnik,
- SW - strefa wolna w obszarze której znajduje się nie wykorzystany jeszcze adsorbent.

Zapotrzebowanie na adsorbent w procesie periodycznym wynika z jego pojemności adsorpcyjnej, czyli stosunku maksymalnie wydzielonej masy adsor-



Rys.2. Przebieg nasycania złoża adsorbentu w czasie.

SW - strefa wolna, SA - strefa adsorpcji, SN - strefa nasycenia

batu do masy adsorbentu

$$a_A^* = \frac{m_A}{m_{AD}}, \quad (1)$$

gdzie: a_A^* - pojemność adsorpcyjna, kg A/kg adsorbentu;

m_A - masa adsorbentu (substancji pochłoniętej); kg;

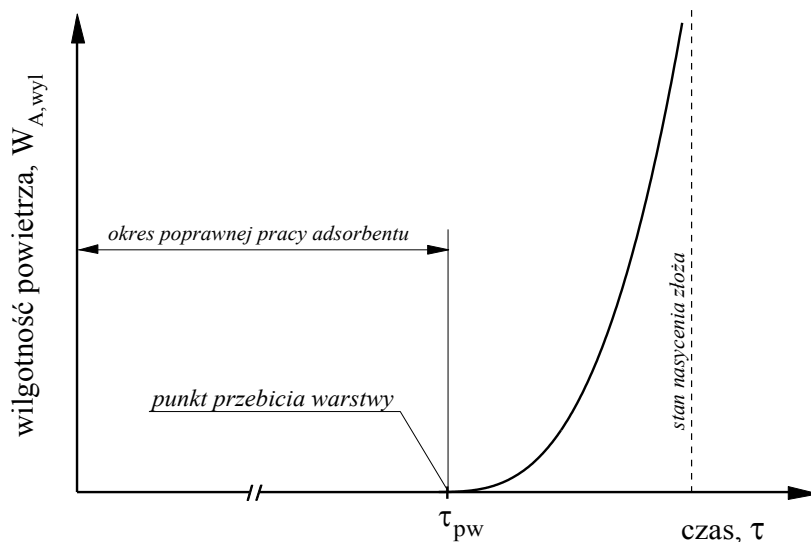
m_{AD} - masa adsorbentu (substancji pochłaniającej); kg.

Rozróżnia się pojemność adsorpcyjną statyczną, wyznaczaną na podstawie izoterm sorpcji oraz dynamiczną, określaną eksperymentalnie w rzeczywistych warunkach prowadzenia procesu pochłaniania. Pojemność dynamiczna jest mniejsza od statycznej, co wynika ze starzenia się adsorbentu, jego wielokrotnej regeneracji oraz skończonego czasu kontaktu gazu z warstwą adsorbującą, co nie pozwala na osiągnięcie pełnego stanu równowagi.

Poniżej opisano eksperymentalny sposób wyznaczania dynamicznej pojemności adsorpcyjnej silikażelu względem pary wodnej. Sposób ten jest jednocześnie przedmiotem niniejszego ćwiczenia.

Przepuszczanie przez warstwę adsorbentu strugi wilgotnego powietrza oraz ciągły pomiar jego wilgotności względnej po przejściu przez złożo, umożliwi zbudowanie wykresu przedstawionego na rys.3. Przebieg otrzymanej w ten

sposób linii wskazuje na to, że po przekroczeniu określonego czasu adsorpcji, prowadzonej w danych warunkach, następuje tzw. przebicie warstwy złoża. Od tej chwili silikażel stopniowo traci swoje zdolności wiązania wilgoci i szybko osiąga stan nasycenia.



Rys.3. Zmiany w czasie wilgotności powietrza osuszającego na złożu adsorbentu

Przyjmując, że adsorbent powinien pracować jedynie do chwili przebicia warstwy, czyli w okresie czasu do τ_{pw} , w którym $W_{A,wyl} \approx 0$, pojemność silikażelu można określić w sposób analogiczny do równania (1)

$$a_A^* = \frac{m_A}{m_{AD}} \quad (2)$$

przy czym: m_A - masa zaadsorbowanej wody, kg;
 m_{AD} - masa silikażelu tworzącego złożo, kg.

Strumień pochłanianej wilgoci wynika z bilansu jej masy

$$G_A = G_i W_{A,wl} \quad (3)$$

gdzie: G_A - masowy strumień pochłanianej wilgoci, kg/s;
 G_i - masowy strumień powietrza suchego stanowiącego inert, kg /s;
 $W_{A,wl}$ - wilgotność bezwzględna powietrza wlotowego, kg H₂O/kg p.s.

Masa zaadsorbowanej wody

$$m_A = G_A \tau_{pw} \quad (4)$$

gdzie: G_A - strumień pochłanianej wilgoci, kg/s;

τ_{pw} - czas przebiecia warstwy; s.

Wykorzystując równania (2)-(4), ostatecznie zatem można napisać

$$a_A^* = \frac{G_i W_{A,wl} \tau_{pw}}{m_{AD}} \quad (5)$$

Ponieważ działanie przyrządów służących do określania wilgotności powietrza opiera się na pomiarze wilgotności względnej, bezwzględną zawartość wilgoci w powietrzu wyznaczać należy stosując przeliczenie

$$W_A = 0,622 \frac{\varphi P_A}{P - \varphi P_A} \quad (6)$$

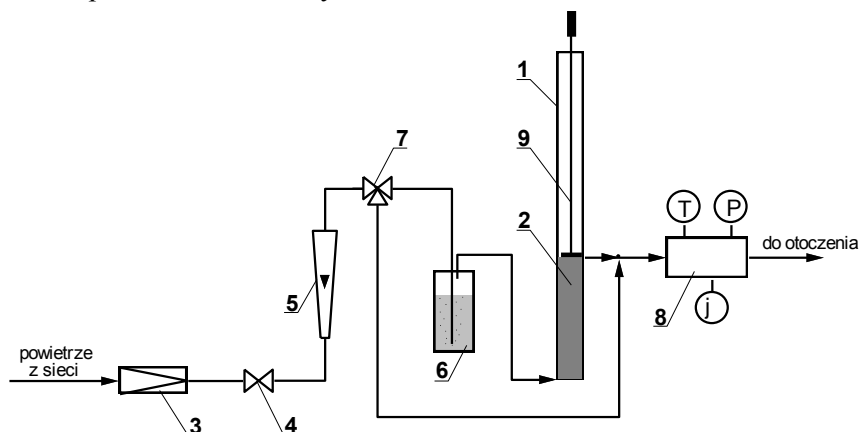
gdzie: φ - wilgotność względna powietrza, -;

P_A - ciśnienie nasycenia pary wodnej w danej temperaturze, Pa;

P - ciśnienie całkowite, Pa.

3. OPIS STANOWISKA POMIAROWEGO

Schemat stanowiska pomiarowego do wyznaczania pojemności adsorpcyjnej silikażelu przedstawiono na rys.4.



Rys.4. Schemat stanowiska pomiarowego.

1 - rurka z pleksiglasu ϕ 12mm, 2 - warstwa silikażelu, 3 - reduktor ciśnienia powietrza, 4 - zawór regulacyjny, 5 - rotametr, 6 - płuczka wodna, 7 - zawór trójdrożny, 8 - komora pomiaru ciśnienia, temperatury i wilgotności względnej powietrza, 9 - zatyczka z tłokiem uszczelniającym.

Główny element instalacji stanowi wykonana z pleksiglasu przezroczysta pionowa rurka (1) o średnicy wewnętrznej 12 mm. Wnętrze rurki wypełniane jest warstwą zregenerowanego silikażelu (2) o znanej masie początkowej. Przestrzeń zajmowaną wewnątrz rurki przez złożę zamyka od góry tłok uszczelniający (9). Strumień powietrza, mierzony rotametrem (5) i regulowany zaworem (4), jest pobierany poprzez reduktor ciśnienia (3) z instalacji sprężonego powietrza. Przed wprowadzeniem do rurki (1) powietrze to jest nasycane wilgocią w płuczce wodnej (6). Powietrze zawilgocone, podczas przepływu przez złożę z dołu do góry, ulega osuszeniu, a jego parametry na wylocie określane są za pomocą przyrządów pomiarowych zamontowanych w komorze (8).

Przed przystąpieniem do badań samego procesu adsorpcji, należy określić wilgotność powietrza pobieranego z instalacji oraz zawartość wilgoci w powietrzu po jego przejściu przez płuczkę wodną. Określenie wilgotności powietrza pobieranego z instalacji wymaga odpowiedniego przedstawienia zaworu trójdrożnego (7), a tym samym skierowania powietrza bezpośrednio do komory pomiarowej (8). Pomiar ciśnienia, temperatury i wilgotności względnej powietrza w komorze pozwala na określenie, wg równania (6), jego wilgotności bezwzględnej, a to z kolei daje możliwość wyznaczenia strumienia powietrza suchego, wg zależności

$$G_i = \frac{\rho_{p.w.}}{1 + W_{A,0}} V_{p.w.}, \quad (7)$$

w której: G_i - strumień masowy powietrza suchego (inertu), kg/s;

$V_{p.w.}$ - strumień powietrza wilgotnego mierzony rotametrem (5), m³/s;

$W_{A,0}$ - wilgotność bezwzględna powietrza pobieranego z sieci,
kg H₂O/kg p.s.;

$\rho_{p.w.}$ - gęstość powietrza wilgotnego pobieranego z sieci, kg/m³.

Gęstość powietrza wilgotnego pobieranego z sieci określa równanie

$$\rho_{p.w.} = \frac{\rho_i + W_{A,0} \rho_A}{1 + W_{A,0}} \quad (8)$$

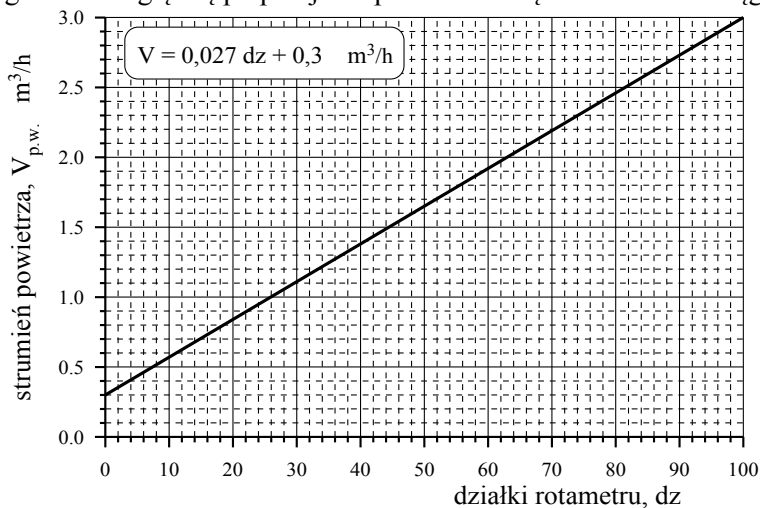
gdzie: ρ_i - gęstość powietrza suchego (inertu) w danych warunkach, kg/m³;

ρ_A - gęstość pary wodnej w danych warunkach, kg/m³.

W celu wyznaczenia wilgotności powietrza po jego przejściu przez płuczkę, pomiary wstępne prowadzi się przy pustej rurce (1), przez którą przepływa założony (taki sam jak w późniejszych badaniach właściwych) strumień nawilżonego powietrza. Charakterystykę zamontowanego na stanowisku

rotametrze do pomiaru strumienia powietrza pobieranego z sieci, przedstawiono na rys. 5.

Osuszanie strumienia gazu, prowadzone być powinno do chwili „przebiecia złoża”. W tym czasie należy kontrolować stałość strumienia powietrza oraz jego wilgotność względną po przejściu przez warstwę adsorbentu. Osiągnięcie



Rys. 5. Charakterystyka rotametrze powietrza.

„stanu przebiecia warstwy” sygnalizowane jest początkiem zwiększania wilgotności powietrza wypływającego ze złoża. Ponieważ silikażel wykorzystywany w tym ćwiczeniu zawiera w sobie indykator nasycenia wilgocią, osiągnięcie przez warstwę „stanu przebiecia” objawia się również poprzez zmianę barwy całej ilości adsorbentu z chabrowej na różową.

Regenerację nasyconego wilgocią silikażelu przeprowadzić można na drodze suszenia, np. w trakcie realizacji ćwiczenia nr 12 pt. „Suszenie ciał stałych”.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów należy:

- otworzyć dopływ powietrza z sieci oraz ustawić na reduktorze ciśnienia (3) nadciśnienie ok. 100kPa;
- po odpowiednim przestawieniu zaworu trójdrożnego (7), ustawić zaworem (4) żądany strumień powietrza i zmierzyć w komorze (8) jego parametry, ustalając w ten sposób zawartość wilgoci w gazie pobieranym z sieci;
- przestawić ponownie zawór trójdrożny (7), tak aby powietrze przepływało przez płuczkę (6) i wewnątrz pustej rurki (1) zamkniętej zatyczką (9), a

- następnie poprzez powtórny pomiar parametrów gazu w komorze (8) określić wilgotność gazu nawilżonego;
- d) zważyć hermetyczne naczynie z przechowywanym w nim silikażelem;
 - e) wyjąć z rurki zatyczkę z tłokiem uszczelniającym i wsypać próbkę silikażelu. Wysokość warstwy adsorbentu powinna odpowiadać miejscu w którym na rurce zamontowano króciec odpływowy powietrza;
 - f) zważyć powtórnie naczynie do przechowywania silikażelu, określając ubytek jego masy, a tym samym masę próbki adsorbentu wprowadzonego do rurki;
 - g) po ponownym zamknięciu rurki (1) zatyczką (9), prowadzić proces osuszania strugi powietrza o parametrach odpowiadających warunkom przeprowadzonych pomiarów wstępnych;
 - h) jednocześnie, za pomocą stopera, mierzyć czas trwania adsorpcji do chwili osiągnięcia przez złożę „punktu przebicia warstwy”;
 - i) wyniki zanotować w tabeli;

Badanie pojemności adsorpcyjnej silikażelu					
Masa początkowa złoża: g					
Parametry powietrza z sieci:			Parametry powietrza po nawilżeniu:		
- temperatura: °C,			- temperatura: °C,		
- ciśnienie: Pa,			- ciśnienie: Pa,		
- wilgotność względna: %			- wilgotność względna: %		
Ciśnienie barometryczne: mm Hg					
Masa złoża zużytego: g					
strumień powietrza		czas trwania adsorpcji	Parametry powietrza na wypływie ze złoża		
dz	m ³ /h		wilgotność względna	temperatura	nadciśnienie
		s	%	°C	mm H ₂ O
50					

- h) po zakończeniu pomiarów zamknąć dopływ powietrza z sieci oraz usunąć zużyte złożę silikażelu z wnętrza rurki; wyciągając w tym celu korek zamykający ją od dołu;
- i) zważyć zużyty adsorbent w celu określenia przyrostu jego masy w stosunku do stanu początkowego.

Uwaga! Ze względu na dużą higroskopijność silikażelu, po zakończeniu ćwiczenia szczelnie zamknąć naczynie w którym jest przechowywany adsorbent.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Zbudować wykres obrazujący zmiany wilgotności powietrza wpływającego ze złoża w zależności od czasu trwania osuszania.
2. Na podstawie tak sporządzonego wykresu określić czas potrzebny do osiągnięcia „punktu przebiccia warstwy”.
3. Wykorzystując wyniki pomiarów wstępnych oraz bilans wilgoci określić ilość wody zaadsorbowanej przez złożo.
4. Ustalić masę zaadsorbowanej wilgoci na podstawie pomiarów początkowej i końcowej masy złoża.
5. Na podstawie równania (5) wyznaczyć pojemność adsorpcyjną silikażelu wykorzystując dane uzyskane w pkt. 3 i 4.
6. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

- [1] KIELCEW N. W.: Podstawy techniki adsorpcyjnej, WNT, W-wa 1980
- [2] KOCH R., KOZIOŁ A.: Dyfuzyjno-ciepłny rozdział substancji, WNT, W-wa 1994
- [3] PADEREWSKI M.L.: Procesy adsorbcyjne w inżynierii chemicznej, WNT, W-wa 1999

7. TEMATYKA ZAGADNIENÍ KONTROLNYCH

1. Różnice i podobieństwa pomiędzy adsorbcją i absorbcją.
2. Właściwości adsorbentów.
3. Wpływ warunków procesowych na przebieg adsorbcji.
4. Przebieg nasycania złoża adsorbentu.
5. Sposoby regeneracji adsorbentów.

Ćwiczenie 14:

BADANIE ZDOLNOŚCI PERMEACJI GAZU PRZEZ MEMBRANĘ POROWATĄ

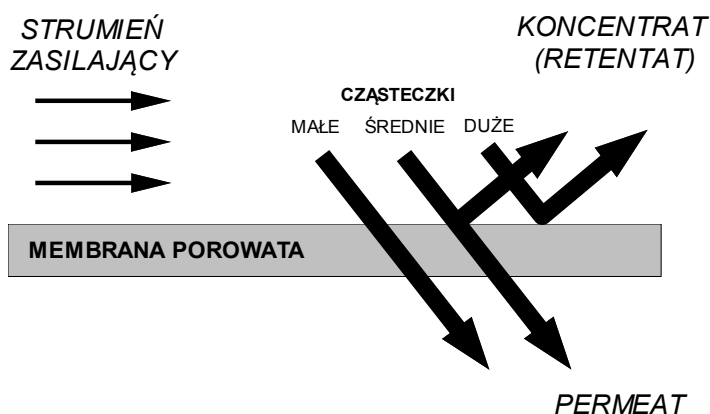
1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z budową i zasadą działania modułów membranowych oraz eksperymentalne wyznaczenie zdolności separacyjnej porowatej membrany silikonowej w procesie rozdziału składników mieszaniny gazowej.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Procesy membranowe stanowią jedną z metod separacji składników mieszanin. Podobnie jak w procesie filtracji, separacja ta zachodzi na przegrodzie przez którą, co najmniej jeden ze składników rozdzielanej mieszaniny może bez przeszkód przechodzić, podczas gdy inne są w mniejszym lub większym stopniu zatrzymywane. W porównaniu do normalnej filtracji, w procesach membranowych rozdzielać można składniki o zdecydowanie mniejszych wymiarach cząstek, jak również prowadzić proces w układach innych niż płyn - ciało stałe.

Schemat rozdzielnego działania membrany przedstawiono na rys.1.



Rys.1. Istota rozdzielczego działania membrany

Istotą membranowego rozdziału mieszanin jest sama membrana, rozumiana jako faza oddzielająca dwie inne fazy i działająca jako pasywna lub aktywna bariera dla transportu masy pomiędzy fazami. Roztwór zasilający, w wyniku kontaktu z membraną dzieli się na dwa strumienie; jeden zwany koncentratem lub retentatem zawiera głównie cząsteczki duże, zatrzymywane na membranie, drugi zwany permeatem składa się z cząsteczek które przez membranę przeszły. Zarówno retentat jak i permeat mogą stanowić produkt finalny procesu membranowego.

Jako siły napędowe, pod wpływem których następuje transport masy przez membranę pomiędzy retentatem i permeatem, wykorzystuje się w praktyce:

- różnicę ciśnienia, ΔP ;
- różnicę stężenia, ΔC ;
- różnicę potencjału elektrostatycznego, ΔU ;
- różnicę temperatury, ΔT .

Charakterystykę poszczególnych procesów przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1

Charakterystyka procesów membranowych

proces	surowiec	permeat	siła napędowa	zastosowanie
mikrofiltracja	ciecz	ciecz	$\Delta P < 0,2 \text{ MPa}$	separacja mikrocząstek
ultrafiltracja	ciecz	ciecz	$\Delta P = (0,2 \div 1) \text{ MPa}$	separacja makrocząstek
nanofiltracja	ciecz	ciecz	$\Delta P = (0,8 \div 2) \text{ MPa}$	separacja makrocząstek i jonów wielowartościowych.
odwrócona osmoza	ciecz	ciecz	$\Delta P = (2 \div 8) \text{ MPa}$	separacja jonów jednowartościowych.
separacja gazów	gaz	gaz	ciśnienie cząstkowe	rozdzielanie mieszanin gazowych
perwaporacja	ciecz	para	ciśnienie cząstkowe	rozdzielanie lotnych składników ciekłych r-rów rzeczywistych
dializa	ciecz	ciecz	ΔC	separacja makrocząstek
elektrodializa	ciecz	ciecz	ΔU	rozdzielanie makrocząstek od elektrolitów
kontaktowanie membranowe: - ekstrakcja	ciecz	ciecz	ΔC	rozdzielanie składników

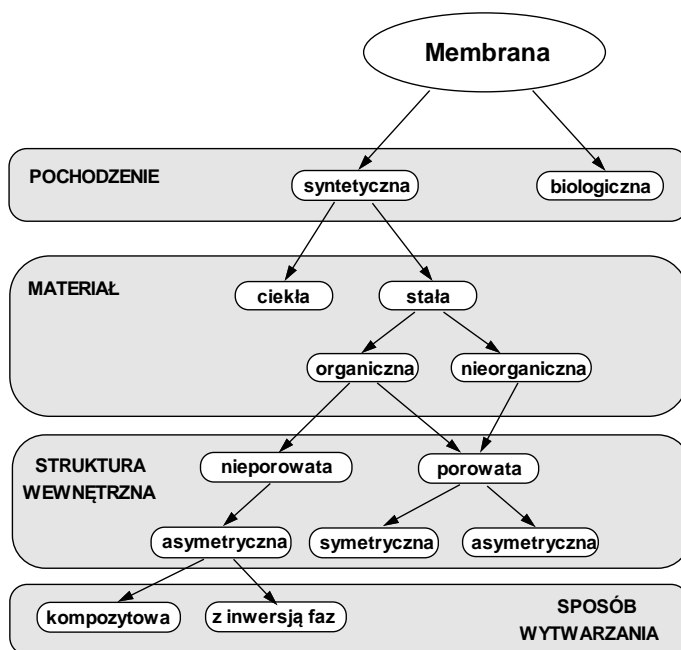
- absorpcja	ciecz	ciecz	ΔC	roztworów
- destylacja	ciecz	ciecz	ΔT	rzeczywistych

Stosowane procesy membranowe różnią się między sobą m.in: wielkością separowanych cząstek, rodzajem wykorzystywanej siły napędowej, stanem skupienia surowców i produktów, jak również budową samych membran.

W praktyce, stosowanie procesów membranowych znajduje obecnie ekonomiczne uzasadnienie w takich dziedzinach jak:

- oczyszczanie ścieków - rozdział emulsji olejowych, usuwanie jonów metali ciężkich, wydzielanie substancji organicznych rozpuszczonych w wodzie, oczyszczanie ścieków z wysypisk i rekultywacja gruntów;
- przemysł chemiczny - koncentracja i oczyszczanie substancji;
- przemysł spożywczy - dehydratacja alkoholu etylowego;
- przemysł farmaceutyczny i biotechnologia.

O zdolności separacyjnej membrany, jak również o możliwości jej wykorzystania w danym procesie membranowym, w dużej mierze decyduje jej mikrostruktura. Na rys.2 przedstawiono klasyfikację membran ze względu na ich pochodzenie, strukturę wewnętrzną i sposób wytwarzania.



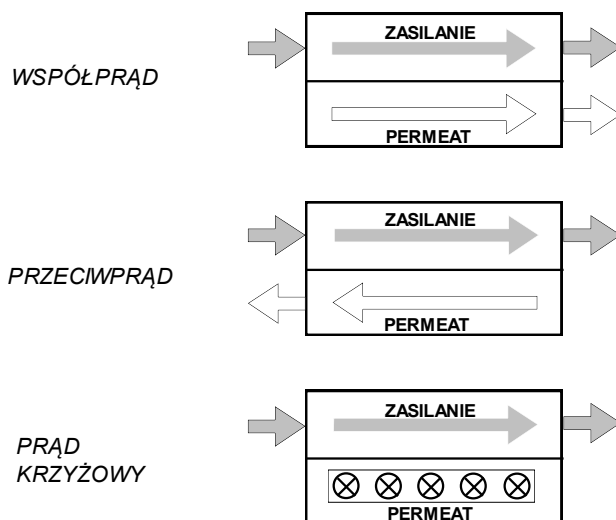
Rys.2. Klasyfikacja membran pod względem budowy i pochodzenia

Struktura wewnętrzna membrany jest ściśle związana z mechanizmem rozdzielania, wykorzystywanym w danym procesie. W przypadku konwekcyjnego transportu masy, membrany muszą zawierać pory (o odpowiednich rozmiarach) przez które transport ten zachodzi. Tak więc membrany porowate znajdują zastosowanie w procesach ultra- i mikrofiltracji oraz dializie. W przypadku membran nieporowatych ruch masy zachodzi na drodze dyfuzji, przy czym składnik transportowany przez membranę musi być wcześniej w niej rozpuszczony. Membrany tej grupy znalazły zastosowanie w procesach odwróconej osmozy, perwaporacji i permeacji gazów. Membrany nieporowate zawierające ładunki elektryczne wykorzystuje się natomiast w procesach nanofiltracji i elektrodializie.

Wszystkie membrany mogą być wytwarzane jako symetryczne i asymetryczne, tzn. o właściwościach jednakowych lub zmieniających się z ich grubością. Membrany asymetryczne są zbudowane z cienkiej, gęstej warstwy aktywnej, decydującej o zdolności separacyjnej oraz znajdującej się pod nią warstwy nośnej o dużej porowatości. Taka budowa zapewnia dobry rozdział surowca, a jednocześnie duży strumień permeatu. Cienka warstwa aktywna może być wykonana z tego samego materiału co warstwa nośna lub też naniesiona na powierzchnię warstwy nośnej jako odrębna powłoka. W tym drugim przypadku, membrany określa się mianem kompozytowych.

Membrany produkują się w postaci arkuszy, rur lub kapilar. Z elementów tych tworzy się tzw. moduły membranowe, czyli układy membran o określonej, wg przyjętego typoszeregu, wydajności.

Wszystkie moduły są modułami o trzech króćcach, w których można zastosować współprądowy, przeciwprądowy lub krzyżowy przepływ strumieni płynów, (rys. 3).

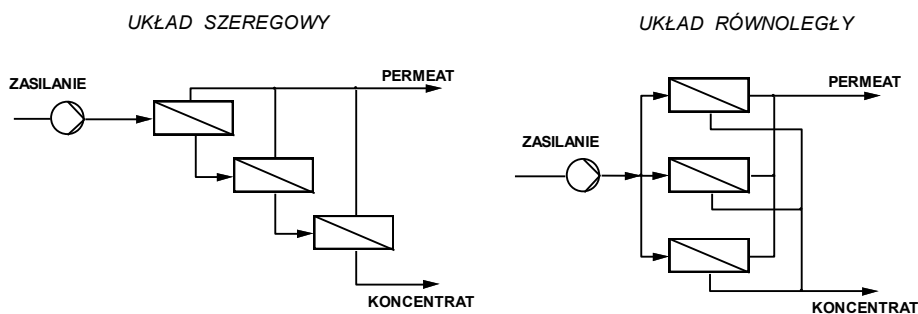


Rys. 3. Sposoby prowadzenia strumieni w modułach o trzech króćcach.

W zależności od specyfiki procesu stosuje się głównie moduły:

- płytowe - o płaskiej membranie,
- rurowe - o membranie w postaci układu rur,
- kapilarne - o membranie w postaci układu kapilar,
- spiralne - o membranie w postaci układu arkuszy zwiniętych spiralnie.

W celu zbudowania instalacji membranowej o określonej wydajności lub wysokim stopniu czystości produktu, niezbędne jest stosowanie dużej liczby modułów współpracujących ze sobą. Podstawowe sposoby łączenia modułów przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Podstawowe sposoby łączenia modułów membranowych

Proces rozdziału mieszanin gazowych prowadzony na membranach

porowatych, zachodzi pod wpływem różnicy ciśnienia po obu jej stronach. Aczkolwiek, w ogólnym przypadku, przez membranę może następować transport wszystkich składników mieszaniny zasilającej, to jednak wartość strumieni poszczególnych składników będzie różna w zależności od wielkości ich cząsteczek. W przypadku procesu prowadzonego pod wpływem różnicy ciśnienia, strumień składnika „k” przechodzącego (permeującego) przez daną membranę można określić jako

$$V_k = P_k \frac{F}{s} \Delta P, \quad (1)$$

gdzie: V_k - strumień objętościowy składnika permeującego, m^3/s ;

F - powierzchnia membrany, m^2 ;

s - grubość membrany, m ;

P_k - współczynnik permeacji składnika „k”, $(m^3 \cdot s)/kg$;

ΔP - różnica ciśnienia pomiędzy obiema stronami membrany, Pa .

Występujący w równaniu (1) współczynnik permeacji określa strumień objętościowy danego składnika transportowanego przez daną membranę o jednostkowej powierzchni i jednostkowej grubości, przy jednostkowej różnicy ciśnienia stanowiącej siłę napędową procesu.

Z punktu widzenia oceny jakości procesu rozdziału mieszaniny gazowej, bardziej interesującą wielkością jest współczynnik separacji membrany, wyznaczony dla danego składnika względem pozostałych lub tylko wybranych składników mieszaniny. Jego dokładną wartość można określić eksperymentalnie poprzez pomiar udziałów składników w permeacie. Wymaga to jednak stosowania drogich, uniwersalnych i dokładnych analizatorów gazów. Dla mieszanin o małej liczbie składników, np. dwóch, współczynnik separacji można jednak wyznaczyć w inny sposób. Dla mieszaniny dwuskładnikowej A i B, udział składników w permeacie jest wprost proporcjonalny do wartości ich permeujących strumieni. Współczynnik separacji składnika A względem B można zatem zapisać jako

$$S_{AB} = \left(\frac{V_A}{V_B} \right)_{\Delta P = \text{const}}, \quad (2)$$

czyli jako stosunek strumieni składników A i B otrzymywanych jako permeat na danej membranie przy tej samej różnicy ciśnienia. Wykorzystując równanie (1) można napisać

$$S_{AB} = \frac{P_A \frac{F}{s} \Delta P}{P_B \frac{F}{s} \Delta P} = \frac{P_A}{P_B} \quad (3)$$

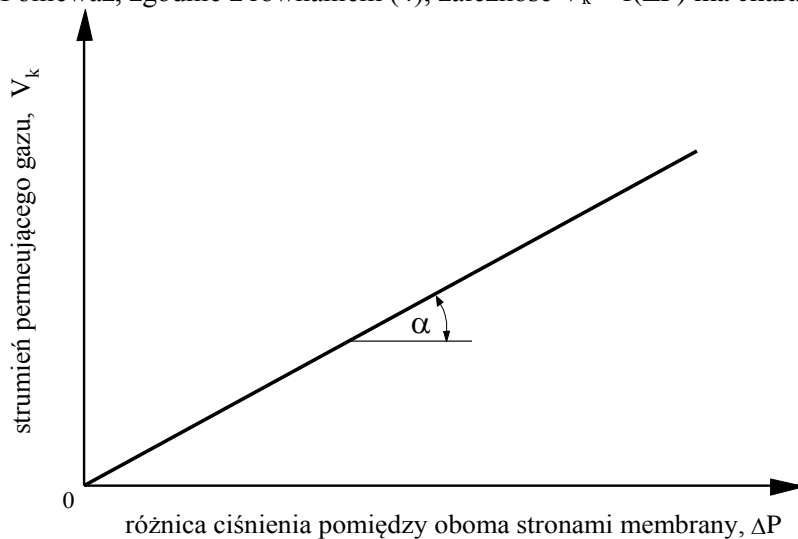
Wartość współczynników $V_k = \frac{P_{k,F-s} \Delta P}{s}$ można określić na drodze eksperymentalnej, poprzez pomiar wielkości strumieni czystych gazów A i B transportowanych przez membranę przy danych różnicach ciśnienia. Zgodnie z równaniem (1)

$$V_k = P_k \frac{F}{s} \Delta P = P_{k,F-s} \Delta P, \quad P_{k,F-s} = \operatorname{tg} \alpha \quad (4)$$

przy czym współczynnik permeacji $P_{k,F-s}$ dotyczy danej membrany o określonej powierzchni i grubości. Wyznaczenie wartości $P_{k,F-s}$ dla gazów na tej samej membranie pozwala na określenie jej współczynnika separacji

$$S_{AB} = \frac{P_{A,F-s}}{P_{B,F-s}} = \frac{P_A \frac{F}{s}}{P_B \frac{F}{s}} = \frac{P_A}{P_B}, \quad (5)$$

Eksperymentalne wyznaczenie współczynnika permeacji $P_{k,F-s}$ polega na pomiarze strumienia permeującego przez daną membranę czystego gazu, przy różnych wartościach ΔP , a następnie wykreśleniu charakterystyki $V_k = f(\Delta P)$, rys.5. Ponieważ, zgodnie z równaniem (4), zależność $V_k = f(\Delta P)$ ma charakter

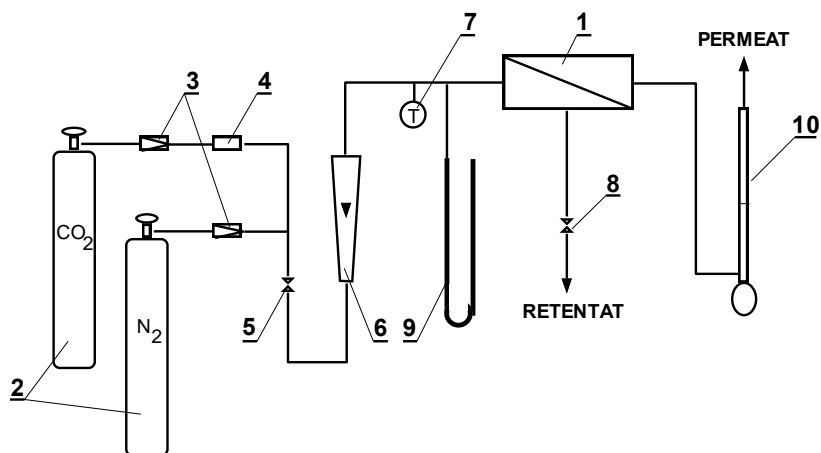


Rys.5. Wpływ ciśnienia na wydajność permeatu porowatego modułu membranowego
linii prostej, jej współczynnik kierunkowy określa wartość współczynnika

permeacji $P_{k, F-S}$.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

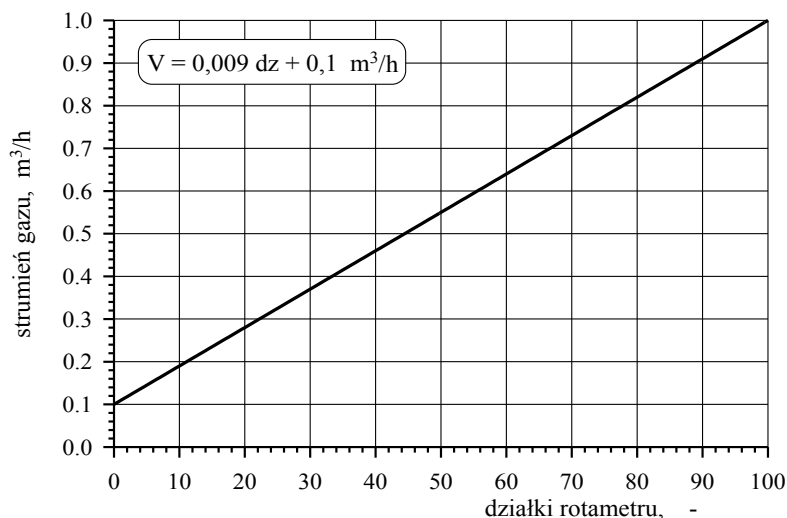
Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na rys. 6.



Rys.6. Schemat stanowiska pomiarowego.

1- moduł membranowy, 2 - butle z gazem, 3 - reduktory ciśnienia, 4 - podgrzewacz gazu, 5 - zawór regulacyjny, 6 - rotametr, 7 - termometr, 8 - zawór regulacyjny retentatu, 9 - U-rurka, 10 - przepływomierz pęcherzykowy

Głównym elementem stanowiska jest moduł membranowy z kapilarami silikonowymi (1). W opisywanym ćwiczeniu, jako gazy robocze wykorzystywane są: dwutlenek węgla i azot, pobierane z butli (2). Obie butle zaopatrzone w reduktory ciśnienia gazu (3), a na przewodzie wypływowym CO₂ dodatkowo zamontowano podgrzewacz gazu (4). Strumień CO₂ lub N₂ dopływający do modułu regulowany jest zaworem (5), a mierzony rotametrem (6). Charakterystykę rotametry przedstawiono na rys.7.



Rys. 7. Charakterystyka rotametu gazu.

Termometr (7) umożliwia pomiar temperatury gazu, a zawór (8) regulację ciśnienia w module, kontrolowanego U - rurką (9). Do pomiaru strumienia permeatu wykorzystano przepływomierz pęcherzykowy (10). Zasada pomiaru tym przyrządem, polega na określeniu czasu przepływu błonki cieczy przez rurkę wyskalowaną w jednostkach objętości. Ruch błonki cieczy wewnątrz rurki wywołany jest przepływem gazu którego strumień jest przedmiotem pomiaru. Układ zaworów odcinających, pozwala na zmianę rodzaju gazu wykorzystywanego w pomiarach.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia ćwiczenia należy:

- włączyć zamontowany na butli CO₂ podgrzewacz gazu (4) i odczekać ok. 5 minut;
- dokonać odpowiedniego przełączenia zaworów odcinających i lekko otworzyć zawór butli CO₂;
- na reduktorze ciśnienia (wkręcając pokrętkę regulacyjną) ustawić nadciśnienie gazu na ok. 0,2 MPa;
- zaworami regulacyjnymi (5) i (8) ustalić wartość strumienia gazu i jego nadciśnienie;
- po ustabilizowaniu się strumienia gazu płynącego przez moduł membranowy, wytworzyć w przepływomierzu pęcherzykowym (10) błonkę cieczy i zmierzyć prędkość jej przemieszczania się pomiędzy wyskalowanymi w mililitrach działkami;

- f) powtórzyć czynności wg pkt. d) ÷ e) dla innych strumieni i nadciśnienia CO₂;
- g) powtórzyć czynności wg pkt. b) ÷ f) w odniesieniu do azotu pobieranego z drugiej butli. Przed przystąpieniem do właściwych pomiarów należy przedmuchać instalację azotem;
- h) wyniki każdorazowo notować w tabeli;

Badanie procesu permeacji gazów							
Rodzaj modułu: kapilarny							
Rodzaj membrany: porowata, asymetryczna membrana silikonowa							
Rodzaj gazów permeujących: CO ₂ , N ₂							
Temperatura procesu:°C							
Dwutlenek węgla				Azot			
różnica ciśnienia	przeływomierz pęcherzykowy		strumień permeatu	różnica ciśnienia	przeływomierz pęcherzykowy		strumień permeatu
mm H ₂ O	objętość	czas	ml/s	mm H ₂ O	objętość	czas	ml/s
	ml	s			ml	s	
...				...			
...				...			
...				...			

- i) po zakończeniu ćwiczenia wyłączyć podgrzewacz gazu i sprawdzić poprawność zakręcenia butli z gazami.

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

- Zbudować wykresy punktowe zależności $V_k = f(\Delta P)$ dla obu badanych gazów.
- Metodą najmniejszych kwadratów znaleźć równania linii prostych typu $y = a x$, opisujących otrzymane zbiory punktów doświadczalnych dla dwutlenku węgla i azotu oraz nanieść ich przebieg na wykresy zbudowane wg pkt. 1.
- Wyznaczyć dla badanej membrany współczynnik separacji CO₂ względem N₂ wykorzystując zależność

$$S_{\text{CO}_2, \text{N}_2} = \frac{P_{\text{CO}_2, \text{F-s}}}{P_{\text{N}_2, \text{F-s}}} = \frac{a_{\text{CO}_2}}{a_{\text{N}_2}},$$

w której symbole „a” odpowiadają odpowiednim współczynnikom kierunkowym prostych na wykresach $V_k=f(\Delta P)$, sporządzonych wg pkt. 2.

4. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

[1] RAUTENBACH R.: Procesy membranowe, WNT W-wa 1996

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Istota membranowego rozdziału mieszanin.
2. Charakterystyka procesów membranowych.
3. Budowa membran i mechanizmy transportu masy przez membranę.
4. Charakterystyka modułów membranowych.
5. Parametry charakteryzujące zdolność rozdzielczą membrany.