

化工原理工程实训指导书

昆明理工大学化学原理教研室

二零一五年八月

化工管路拆装实训指导书

一、拆装实训学时

实训学时：8（即2个工作日，不含预习及结果处理等内容）。

二、拆装实训教学目标与基本要求

1、实训教学目标：

1.1 本管道拆装系统为了更好地实现管道拆装及流体实验参数的测定，管道多采用法兰连接，并配用转子流量计、温度计、压力表、液面计等检测仪表，强调学生树立牢固的工程观念，特别是对大化工观点的认知，强化手动操作技能训练，各动手单元如管子拆装、管件更换、基本检测器的接线、仪表参数调整；设置的故障检修点诊断等。学生通过自行设计流程或组装管路及调试，可以训练学生的动手能力和解决问题的能力，为今后实际工作打下一定的专业基础。

1.2 了解和熟悉化工生产过程中常见离心泵的控制方法及工作原理，了解各种仪表的性能、使用方法和使用场合。

1.3 了解并学会工业控制中仪表、测量、执行器的成套方法，学会按照实际手动被控系统要求进行实际控制系统的设计和实现，了解各种阀门的结构及适用场合，合理选用并进行管路组装。

1.4 培养学生观察问题，分析问题和实验数据处理的能力，提高相关学科知识的综合运用能力。

1.5 了解和掌握用科学实验解决工程问题的方法。

2. 对学生的基本要求

2.1 实训前的预习

要求学生做好实验前的预习，明确实验目的、原理、要求、拆装步骤、实验需测定的数据，了解所使用的设备、仪器、仪表及工具。

2.2 实训中的操作训练

学生在实验过程中应细心操作，仔细观察，发现问题，考虑问题，在试验中培养自己严谨的科学作风，养成良好的学风。

2.3 实训后的总结

实训完后，认真整理数据，根据实训结果及观察到的现象，加以分析，给出结论，并按规定要求提交实验报告。实验报告内容包括：实验目的、实验流程、操作步骤、数据处理、实验结论及问题讨论。实验报告是考核实训成绩的主要方面，应认真对待。

2.4 实训学生的条件

本实训是基于学生在修完《化工原理》课程后进行的实训环节，每次实训人数6-9人/台套。

三、化工管路拆装基本要求（流程如图）

要正确的安装管路，必须明确生产工艺特点和操作条件的要求，遵循管路布置和安装的原则，绘制出配管图。组装时，先将管路按现场位置分成若干段组装。然后从管路一端向另一端固定接口逐次组合；也可以从管路二端接口向中间逐次组合。但在组合过程中，必须经常检查管路中心线的偏差，尽量避免因偏离造成最后合拢的接口处错口太大的弊端。整个安

装过程中要注意：

1.管路安装

管路的安装应保证横平竖直，水平管其偏差不大于 15mm / 10m，但其全长不能大于 50mm，垂直管偏差不能大于 10mm。

2.法兰接合

法兰安装要做到对得正、不反口、不错口、不张口。安装前应对法兰、螺栓、垫片进行外观、尺寸材质等检查。未加垫片前，将法兰密封面清理干净，其表面不得有沟纹；垫片的位置要放正，不能加入双层垫片；紧固法兰时要做到：拧紧螺栓时应对称成十字交叉进行，以保证垫片各处受力均匀；拧紧后的螺栓露出丝扣的长度不应大于螺栓直径的一半，并不应小于 2mm，即紧好之后螺栓两头应露出 2~4 扣；管道安装时，每对法兰的平行度、同心度应符合要求。

法兰与法兰对接连接时，密封面应保持平行，法兰与管子组装时应注意法兰的垂直度。为便于安装和拆卸，法兰平面距支架和墙面的距离不应小于 200mm。当管道的工作温度高于 100℃时，螺栓表面应涂一层石墨粉和机油的调和物，以便于操作。当管道需要封堵时，可采用法兰盖；法兰盖的类型、结构、尺寸及材料应和所配用的法兰相一致。

3.螺纹接合

螺纹接合时管路端部应加工外螺纹，利用螺纹与管箍、管件和活管接头配合固定。其密封则主要依靠锥管螺纹的咬合和在螺纹之间加敷的密封材料来达到。常用的密封材料是白漆加麻丝或四氟膜，缠绕在螺纹表面，然后将螺纹配合拧紧。

4.阀门安装

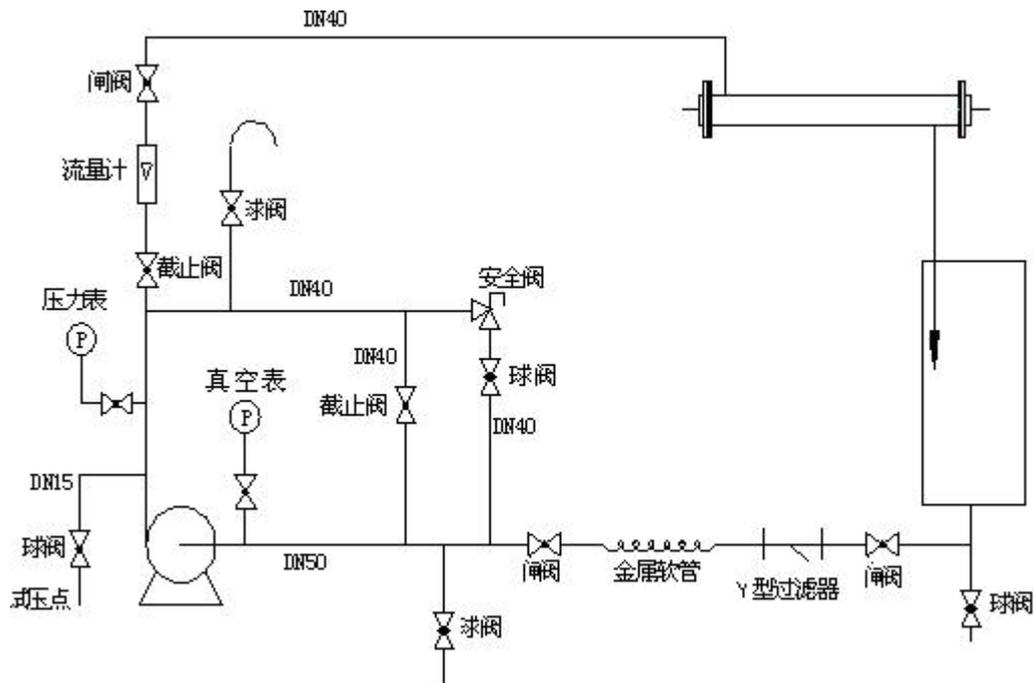
阀门安装时应把阀门清理干净，关闭好进行安装，单向阀、截止阀及调节阀安装时应注意介质流向，阀的手轮便于操作。

5. 泵的安装

泵的管路安装原则是保证良好的吸入条件与方便检修。泵的吸入管路要短而直，阻力小，避免“气袋”，避免产生积液，泵的安装标高要保证足够的吸入压头，泵的上方不要布置管路便于泵的检修。

6. 水压试验

管路安装完毕后，应作强度与严密度试验，试验是否有漏气或漏液现象。管路的操作压力不同，输送的物料不同，试验的要求也不同。当管路系统是进行水压试验，试验压力（表压）为 300kPa，在试验压力下维持 5 分钟，未发现渗漏现象，则水压试验即为合格。



四.拆装操作步骤:

- 1.操作前配戴好手套、安全帽等防护工具。
- 2.操作前先将拆装管路内水放净，并检查阀门是否处于关闭状态。阀门应处于关闭状态。
- 3.拆装顺序：由上后下，先仪表后阀门，先重后轻，先大后小。拆卸过程注意不要损坏管件和仪表，拆下来的管子、管件、仪表、螺栓要分类编号，放置好。
- 4.拧紧螺栓时应对称，十字交叉进行，以保证垫片处受力均匀，拧紧后的螺栓露出丝口长度不大于螺栓直径的一半，并且不小于 2mm。
- 5.安装时应保证法兰用同一规格螺栓安装并保持方向一致，每支螺栓加垫片不超过一个，法兰也同样操作，加装盲板的法兰除外。
- 6.应正确安装使用 8 字盲板。
- 7.进行管道或部件水压实验时，升压要缓慢，升压时禁止动法兰螺钉或油刀，避免敲击或站在堵头对面，稳压后方可进行检查，非操作人员不得在盲板、法兰、焊口、丝口处停留。
- 8.学会使用手动加压泵，能按试压程序完成试压操作，在规定压强下和规定时间内管路所有接口无渗漏现象。

五.试压注意事项

- 1、试压操作前,一定关闭泵进口真空表的阀门,以免损坏真空表。
- 2、本装置所使用安全阀额定压力为 0.5MPa, 加压时不要超过 0.5MPa。
- 3、不锈钢泵铭牌转速为 2900 转/分, 为泵的额定工况点(泵的额定工况通常是指水泵在高效段的扬程和流量参数)参数的换算值, 电机铭牌转数 2850 转/分的为电机的额定转数, 电机的实际转数会随着泵的使用参数不同而改变, 故两个铭牌的标牌是不同的。

六.其它注意事项

- 1.首先按照化工管道的拆装要求及相关的设备、阀门、仪表等配备相应的拆装工器具, 包括高处管路拆装时需要准备两个木凳, 以便于拆装。
- 2.拆装时首先要将动力电源关闭, 并挂警示牌, 检查无误后才准许工作。
- 3.化工管路拆装一般是拆卸与安装顺序正好相反, 拆卸时一般是从高处往下逐步拆斜, 注意

拆卸每一零部件都要按顺序进行编号，并按照顺序依次摆在地面上，每组学生在拆装时要相互配合，防止管道或管件掉落而砸伤手脚或地面。

4.所以仪表拆装时要轻拿轻放，防止破碎。认真观察各种阀门的结构和区别，了解其使用特点，拆装时要注意阀门的方向和具体位置。

5.所有密封部位的密封材料一般在拆装后需要更换，将原来的密封垫拆下来，按原样用剪刀进行制作并更换，密封垫位置要放置合适，不能偏移，所有螺栓都应该按照螺帽在上方的顺序紧固。

6.紧固螺栓时必须对角分别用力紧固，然后再依次紧固，防止法兰面倾斜发生泄漏，另外螺栓紧固用臂力即可，不需要套管紧固。

7.装配过程中应使用水平尺进行度量，要注意保证管道的横平竖直，严禁发生倾斜。管路支架固定可靠，不能松动。

8.水泵电机接线盒及电源控制箱属于电气部分，不需要学生拆卸，要防止拆装时有水分进入，导致发生短路事故。

9.拆装完成后进行管路的试漏检验，在启动水泵前务必由指导教师进行开车前检查，没有问题后才准许送电运行。

10.运行后若局部有泄漏，不需要断电。可用工具进行紧固，若还是不能解决泄露，需要停泵后检查垫片的情况。

11.拆装过程中要树立团结协作、严肃认真、安全第一的指导思想，服从实训指导教师的统一安排。

12.结束时，打开管路上上部的放空阀排气，并关闭泵进口阀门，排出泵内存水。

七.思考题

1.为什么流量越大，入口处真空表的读数越大，出口处压力表的读数越小？

2.离心泵的操作为何先灌液？为何关闭出口阀启动？对选在高效区操作如何理解？

八.考核

按大纲要求，结合预习、现场（学生完成管路拆装的质量与实训过程的调控能力）和实训报告的质量，给出成绩，以优、良、中、及格、不及格计。

化工过程综合实训指导书

1 工业背景

化工生产过程分为两大类：一类是化学反应为主，通常在反应器内进行；另一类为不进行化学反应的物理过程，包括原料预处理过程和反应产物后处理过程。包含此类生产过程的装置，统称为生产装置。

本装置以化工中常见的反应加提纯为基础，以乙醇水溶液为原料，进行常压反应与提浓的生产过程实训操作，其反应工段以固定床径向反应器为主体，配套有加热炉、原料预热器、产物冷凝器、预分离设备；精馏提纯工段以筛板、填料精馏为主体，配套有原料罐、产品罐等设备，使学生了解掌握各单元操作的原理、熟悉工厂操作步骤、具备一定的实践动手经验、强化理论与实践的结合、提高其综合能力。

2 实训功能

- 2.1 **预处理、反应岗位技能：**系统的安全操作、原料配料加料操作；反应控制操作；催化剂的保护；能量的循环利用操作、系统置换操作等；
- 2.2 **精馏岗位技能：**筛板精馏塔操作；填料精馏塔操作；回流操作；产品采出操作；常压精馏操作；减压精馏操作、不同进料板进料的操作等；
- 2.3 **换热岗位技能：**列管换热器操作；空冷式换热器操作；（物料）气-气换热体系操作；物料气-水换热体系操作等；
- 2.4 **流体输送岗位技能：**离心泵的开停车及流量调节操作；真空泵及真空度调节操作、压力缓冲罐调节操作等；
- 2.5 **现场工控岗位技能：**泵的变频调节及手阀调节；换热器温度测控；反应温度测控；电动阀开度调节和手闸阀调节；贮罐液位高低报警，液位调节控制；加热系统与物流的联调操作；物料配送及取样检测操作等；
- 2.6 **化工仪表岗位技能：**流量计、液位计、变频器、差压变送器、热电阻、过程控制器、声光报警器、调压模块及各类就地弹簧指针表等的使用；单回路、串级控制等控制方案的实施等；
- 2.7 **就地及远程控制岗位技能：**现场控制台仪表与微机通讯，实时数据采集及过程监控；总控室控制台 DCS 与现场控制台通讯，各操作工段切换、远程监控、流程组态的上传下载等。
- 2.8 **分析实训技能：**能进行气相色谱分析及化学分析实训。

3 实验装置

具体见实物

4 实验步骤与注意事项

- 4.1 打开电脑及控制面板电源，在电脑机箱上插上密码狗。
- 4.2 开启风机风量为 10m³/h，并打开加热炉及反应器加热。
- 4.3 打开 1#进料泵，调节 FIC-101 到 65%，在气液分离罐液位到至少 1/3 时，开启℃原料预热器。
- 4.4 打开冷却循环水开关。
- 4.5 气液分离罐有一定高度时，开启 2#进料泵，料液进入 1#筛板塔，当 1#筛板塔塔底液位增高时，打开 1#预热器，当 1#筛板塔塔釜液位达到 2/3 时，开启塔釜加热。
- 4.6 当 1#塔顶至塔底形成温度梯度时，开启冷却水，塔顶冷凝液出来时，全回流操作一段时间，产品采出时调节回流比。
- 4.7 进 2#筛板塔先开 3#进料泵，塔釜有一定液位时再开 2#预热器，时刻注意液位变化。当 2#筛板塔塔釜液位达到 2/3 时，开启塔釜加热
- 4.8 3#填料塔和 1#，2#填料塔操作类似。
- 4.9 停车时先停止电加热炉加热系统，系统温度降到 50℃以下时，关闭换热器冷却水，停控制台、仪表盘电源，做好设备及现场的整理工作

5 生产实训操作报表

5															
6															
7															
8															
9															
10															

操作记事	
------	--

异常现象记录	
--------	--

操作人：	指导老师：
------	-------

多功能精馏塔综合实训指导书

一、实验目的

- 1、学习并掌握普通精馏、进料口位置可变、填料层高度可变、侧线出料、萃取精馏、恒沸精馏、反应精馏、真空精馏和列管式换热器传热系数测定等九个工艺实验的原理和操作方法；
- 2、了解填料精馏塔及其附属设备的基本结构，掌握精馏过程的基本操作方法。
- 3、学会判断系统达到稳定的方法，掌握测定塔顶、塔釜溶液浓度的实验方法。
- 4、掌握保持其他条件不变下调节回流比的方法，研究回流比对精馏塔分离效率的影响。
- 5、掌握用图解法求取理论板数的方法，并计算等板高度（HETP）。

二、实验原理

1、原理

本装置是填料精馏实验装置。填料塔属连续接触式传质设备，填料精馏塔与板式精馏塔的不同之处在于塔内气液相浓度变化趋势不同：前者呈连续变化，后者呈逐级变化，与板式塔比，填料塔具有分离效率高、操作弹性大、压强降低等优点。

本装置可以进行常规精馏、恒沸精馏、萃取精馏、反应精馏等多种实验，其原理如下：

所谓恒沸精馏，就是在被分离的二元组分中加入第三组分，该组分能与原溶液中的一个或者两个组分形成最低恒沸物，从而形成了“恒沸物—纯组分”的精馏体系，恒沸物从塔顶蒸出，纯组分从塔底排出，所添加的第三组分称为恒沸剂或者夹带剂，例如苯作为夹带剂恒沸精馏制取无水酒精。

萃取精馏与恒沸精馏的不同，就在于其加入萃取剂，能有选择性的改变原二元组分的蒸汽压，从而增大他们的相对挥发度。例如乙二醇作为萃取剂萃取精馏制取乙酸乙酯。

所谓反应精馏：就是在一个反应精馏塔中进行，该塔除了实现组分间的分离外，还同时伴随着化学反应。而真空精馏，就是对精馏系统抽真空，降低分离组分的沸点，进而降低其相对挥发度，使其容易分离。

等板高度（HETP）是衡量填料精馏塔分离效果的一个关键参数。等板高度越小，填料层的传质分离效果就越好。

1. 等板高度 (HETP)

HETP, 也称理论板当量高度, 是指与一层理论塔板的传质作用相当的填料层高度。它的大小, 不仅取决于填料的类型、材质与尺寸, 而且受系统物性、操作条件及塔设备尺寸的影响。一般通过实验测定。对于双组分体系, 根据其物料关系 χ_n , 通过实验测得塔顶组成 χ_D 、塔釜组成 χ_W 、进料组成 χ_F 及进料热状况 q 、回流比 R 和填料层高度 Z 等有关参数, 用图解法求得理论板 N_T 后, 即可用下式确定:

$$\text{HETP} = Z/N_T \quad (9-1)$$

2. 图解法求理论塔板数 N_T

图解法又称麦卡勃-蒂列 (McCabe-Thiele) 法, 简称 M-T 法, 其原理与逐板计算法完全相同, 只是将逐板计算过程在 $y-x$ 图上直观地表示出来。

相平衡方程为:

$$\chi_n = \frac{y_n}{\alpha - (\alpha - 1)y_n} \quad (9-2)$$

式中, α — 相对挥发度;

χ_n — 该组分在溶液中的摩尔分率;

y_n — 与液相平衡的蒸汽中该组分的摩尔分率;

精馏段的操作线方程为:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1}x_n + \frac{x_D}{R+1} \quad (9-3)$$

式中, y_{n+1} — 精馏段第 $n+1$ 块塔板上升的蒸汽组成, 摩尔分数;

x_n — 精馏段第 n 块塔板下流的液体组成, 摩尔分数;

x_D — 塔顶溜出液的液体组成, 摩尔分数;

R — 泡点回流下的回流比。

提馏段的操作线方程为:

$$y_{m+1} = \frac{L'}{L' - W}x_m - \frac{Wx_W}{L' - W} \quad (9-4)$$

式中, y_{m+1} — 提馏段第 $m+1$ 块塔板上升的蒸汽组成, 摩尔分数;

x_m — 提馏段第 m 块塔板下流的液体组成，摩尔分数；

x_W — 塔底釜液的液体组成，摩尔分数；

L' — 提馏段内下流的液体量，kmol/s；

W — 釜液流量，kmol/s。

加料线 (q 线) 方程可表示为：

$$y = \frac{q}{q-1}x - \frac{x_F}{q-1} \quad (9-5)$$

其中，

$$q = 1 + \frac{c_{pF}(t_S - t_F)}{r_F} \quad (9-6)$$

式中， q — 进料热状况参数；

r_F — 进料液组成下的汽化潜热，kJ/kmol；

t_S — 进料液的泡点温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_F — 进料液温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

c_{pF} — 进料液在平均温度 $(t_S - t_F)/2$ 下的比热容，kJ/(kmol $^{\circ}\text{C}$)；

x_F — 进料液组成，摩尔分数。

回流比 R 的确定：

$$R = \frac{L}{D} \quad (9-7)$$

式中， L — 回流量，kmol/s；

D — 馏出液量，kmol/s。

式 (9-6) 只适用于泡点下回流时的情况，而实际操作时为了保证上升气流能完全冷凝，冷却水量一般都比较大，回流液温度往往低于泡点温度，即冷液回流。如图 9-1 所示，从全凝器出来的温度为 t_R 、流量为 L 的液体回流进入塔顶第一块板，由于回流温度低于第一块塔板上的液相温度，离开第一块塔板的一部分上升蒸汽将被冷凝成液体，这样，塔内的实际流量将大于塔外回流量。

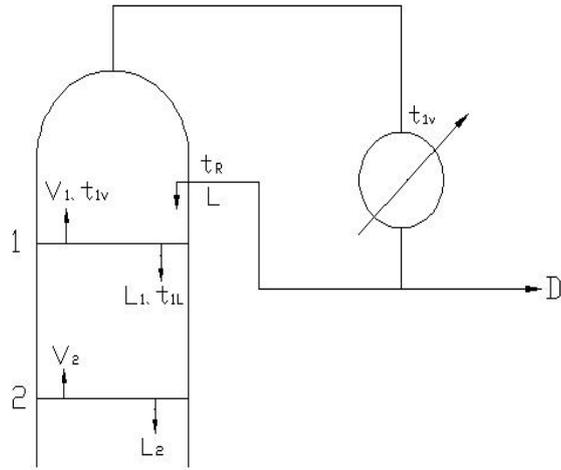


图 9-1 塔顶回流示意图

对第一块板作物料、热量衡算：

$$V_1 + L_1 = V_2 + L \quad (9-8)$$

$$V_1 I_{V1} + L_1 I_{L1} = V_2 I_{V2} + L I_L \quad (9-9)$$

对式 (9-7)、式 (9-8) 整理、化简后，近似可得：

$$L_1 \approx L \left[1 + \frac{c_p (t_{1L} - t_R)}{r} \right] \quad (9-10)$$

即实际回流比：

$$R_1 = \frac{L_1}{D} \quad (9-11)$$

$$= \frac{L \left[1 + \frac{c_p (t_{1L} - t_R)}{r} \right]}{D} \quad (9-12)$$

式中， V_1 、 V_2 —离开第 1、2 块板的气相摩尔流量，kmol/s；

L_1 —塔内实际液流量，kmol/s；

I_{V1} 、 I_{V2} 、 I_{L1} 、 I_L —指对应 V_1 、 V_2 、 L_1 、 L 下的焓值，kJ/kmol；

r —回流液组成下的汽化潜热，kJ/kmol；

c_p —回流液在 t_{1L} 与 t_R 平均温度下的平均比热容，kJ/(kmol $^{\circ}$ C)。

(1) 全回流操作

在精馏全回流操作时，操作线在 $y-x$ 图上为对角线，如图 9-1 所示，根据塔顶、塔釜的组成在操作线和平衡线间作梯级，即可得到理论塔板数。

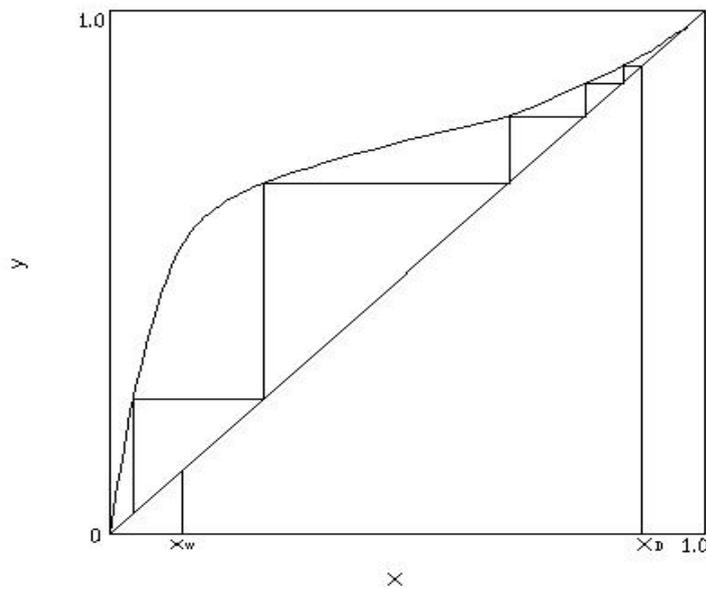


图 9-2 全回流时理论板数的确定

(2) 部分回流操作

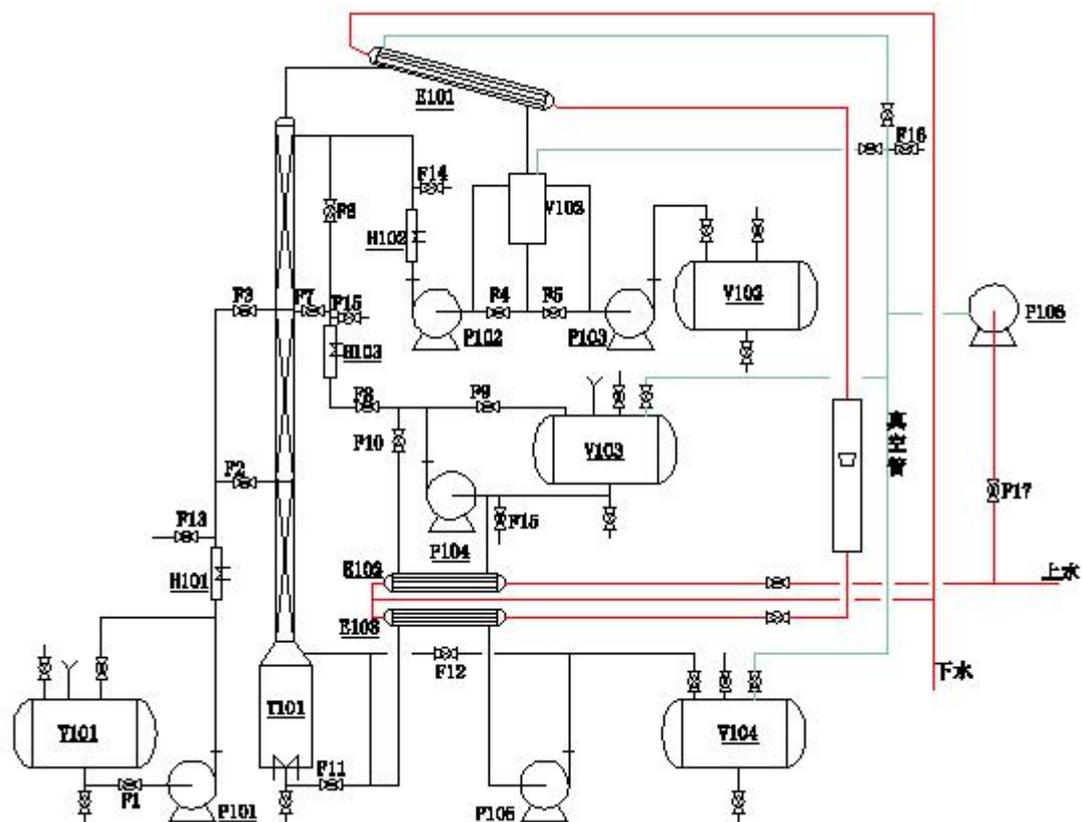
部分回流操作时，如图 9-2，图解法的主要步骤为：

- A. 根据物系和操作压力在 $y-x$ 图上作出相平衡曲线，并画出对角线作为辅助线；
- B. 在 x 轴上定出 $x=x_D$ 、 x_F 、 x_w 三点，依次通过这三点作垂线分别交对角线于点 a 、 f 、 b ；
- C. 在 y 轴上定出 $y_c=x_D/(R+1)$ 的点 c ，连接 a 、 c 作出精馏段操作线；
- D. 由进料热状况求出 q 线的斜率 $q/(q-1)$ ，过点 f 作出 q 线交精馏段操作线于点 d ；
- E. 连接点 d 、 b 作出提馏段操作线；
- F. 从点 a 开始在平衡线和精馏段操作线之间画阶梯，当梯级跨过点 d 时，就改在平衡线和提馏段操作线之间画阶梯，直至梯级跨过点 b 为止；
- G. 所画的总阶梯数就是全塔所需的理论塔板数(包含再沸器)，跨过点 d 的那块板就是加料板，其上的阶梯数为精馏段的理论塔板数。

冷凝器均为列管换热器，水走管程，蒸汽走壳程：

塔顶冷凝器，不锈钢管， $\Phi 12 \times 1$ ，长 500mm，5 根，对称排列；

侧线出料和塔底冷凝器，不锈钢管， $\Phi 12 \times 1$ ，长 300mm，5 根，对称排列；



总工艺流程图

序号	位号	名称	序号	位号	名称
1	P101	主原料计量泵	17	F1	原料进料阀
2	P102	回流量计量泵	18	F2	料液进塔阀
3	P103	产品出料计量泵	19	F3	料液进塔阀
4	P104	副原料计量泵	20	F4	回流液阀
5	P105	残液计量泵	21	F5	产品出料阀
6	P106	水抽射泵	22	F6	球阀
7	V101	主原料罐	23	F7	侧线出料阀
8	V102	产品罐	24	F8	球阀
9	V103	辅原料罐	25	F9	球阀
10	V104	塔底残液罐	26	F10	侧线出料阀
11	H101	主进料加热管	27	F11	塔釜出料阀
12	H102	回流加热管	28	F12	球阀
13	H103	副进料加热管	29	F13	防干烧阀
14	E101	塔顶换热器	30	F14	防干烧阀

15	E102	侧线出料换热器	31	F15	防干烧阀
16	E103	塔底换热器			

四、实验步骤与注意事项

1. 常压或真空普通精馏高位进料精馏流程

流程为：添加适量原料到原料罐 V101 中，由进料泵 P101 计量流量后抽送到预热器 H101 中加热后，关闭阀门 F2、打开 F3 料液到达塔釜，待塔釜有一定量料液后，再打开塔釜加热器，同时打开循环冷却水。沸点较低的物质首先汽化，经过塔顶换热器 E101 冷凝到达接收器，一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔；一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐。（通过调节计量泵 P102 和 P103,调整回流比）。塔底残液经阀门 F11 到塔底换热器 E103 冷凝后，经泵计量流量，到达残液罐 V105。

如果该物系需要在真空条件下进行，则打开图中绿线部分阀门，通过水抽射泵 P06 可以将整个装置抽成真空。

具体步骤如下：

1) 全回流

- ① **进料：**向料液罐 V101 中加入配制浓度 15%~20%(酒精的体积百分比)的料液，由进料泵打入塔釜中，至釜容积的 2/3 处，进料液浓度以进料泵运行后取样分析（可打开 F13 取样）为准。
- ② **加热：**检查各阀门位置处于关闭状态，启动电加热管电源，使塔釜温度缓慢上升。打开冷却水进出口阀门，通过水进口处转子流量计调节流量，使放空阀中液滴间断性的下落即可。建议冷却水流量为 300—500L/h 左右，过大则使塔顶蒸汽冷凝液溢流回塔内，过小则使塔顶蒸汽由放空阀直接大量溢出。加热过程中可观察到玻璃视镜中有液体均匀下流即可。
- ③ **回流：**待接收器内有一定液位后，打开阀门 F4 通过回流计量泵 P102 进行回流。同时打开预热器 H102，对回流液进行加热，保证泡点回流。
- ④ **取样：**当塔顶温度、塔釜温度和接收器内液面稳定后，分别取塔顶出料液和塔釜残液，分析样品浓度塔顶浓度 X_D 和塔釜浓度 X_W 。

2. 部分回流

- ① 进料和加热步骤同全回流。
- ② **回流：**待接收器液位稳定后，一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点

回流到精馏塔；一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐。(通过调节计量泵 P102 和 P103, 调整回流比)。同时, 打开主原料计量泵 P101、预热器 H101 和进料阀 F2 进料, 调节进料量至适当的流量(可根据全塔物料质量衡算, 假如, 塔顶产品浓度为 100%, 出料量为 1L/h, 原料浓度为 20%, 为了保证塔内易挥发组分质量不变, 需进料 5L/h)。

③ **出残液:** 打开阀门 F11、关闭 F12, 使残液经换热器 E103 冷凝后, 经泵计量流量, 到达残液罐 V105。其流量的大小可以根据全塔体积衡算。(假如, 进料 5L/h, 产品出料 1L/h, 则出残液为 4L/h)。

④ **取样:** 当塔顶温度、塔釜温度、接收器内液面以及各流量稳定后, 分别取塔顶出料液和塔釜残液, 分析样品浓度塔顶浓度 X_D 和塔釜浓度 X_W 。

2. 常压或真空普通精馏低位进料精馏流程

流程为: 添加适量原料到原料罐 V101 中, 由进料泵 P101 计量流量后抽送到预热器 H101 中预热后, 打开阀门 F2、关闭 F3, 料液到达塔釜, 待塔釜有一定量料液后, 再打开塔釜加热器, 同时打开循环冷却水。沸点较低的物质首先汽化, 经过塔顶换热器 E101 冷凝到达接收器, 一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔; 一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐 V102。(通过调节计量泵 P102 和 P103, 调整回流比)。塔底残液经阀门 F11 到塔底换热器 E103 冷凝后, 经泵计量流量, 到达残液罐 V104。

如果该物系需要在真空条件下进行, 则打开图中绿线部分阀门, 通过水抽射泵 P106 可以将整个装置抽成真空。

3. 常压或真空侧线出料精馏流程

流程为: 添加适量原料到原料罐 V101 中, 由进料泵 P101 计量流量后抽送到预热器 H101 中预热后, 打开阀门 F2, 关闭 F3, 待塔釜有一定量料液后, 再打开塔釜加热器, 同时打开循环冷却水。沸点较低的物质首先汽化, 打开 F7, 一部分物料将经过塔顶换热器 E101 冷凝后流入接收器, 一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔; 一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐。(通过调节计量泵 P102 和 P103, 调整回流比); 一部分直接从阀门 F7 出料, 经过换热器 E102 冷凝后由计量泵 P104 将料液抽送至副原料罐 V103 中。

如果该物系需要在真空条件下进行, 则打开图中绿线部分阀门, 通过水抽射泵 P106 可以将整个装置抽成真空。

4. 常压或真空萃取精馏流程

流程为：添加适量原料到原料罐 V101 中，适量萃取剂到副原料罐 V103。原料由进料泵 P101 计量后抽送到预热器 H101 中加热。关闭阀门 F2、打开 F3,待塔釜有一定液位后，再打开塔釜加热器，同时打开循环冷却水和副原料计量泵 P104，打开 F7、F8,关闭 F6、F9、F10，将萃取剂从侧线送进塔釜使物系分层，上层物质经过塔顶换热器 E101 换热，冷凝液流入接收器，一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔；一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐。（通过调节计量泵 P102 和 P103,调整回流比）。残液经阀门 F11 到塔底换热器 E103 冷凝后，经泵计量流量，到达残液罐 V105。

如果该物系需要在真空条件下进行，则打开图中绿线部分阀门，通过水抽射泵 P106 可以将整个装置抽成真空。

5. 常压或真空反应精馏流程

流程为：添加适量原料 X 到原料罐 V101 中，适量原料 Y 到副原料罐 V104,由计量泵 P101 和 P104 抽送到预热器 H101 和 H102 中预加热到反应温度，分别经阀门 F2、F7 到塔釜后，通过塔釜控制加热，使物质 X 和 Y 充分反应，同时打开循环冷却水。沸点较低的物质首先汽化，经过塔顶换热器 E101 冷凝，冷凝液流入接收器，一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔；一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐 V102。（通过调节计量泵 P102 和 P103,调整回流比）。残液经阀门 F11 到塔底换热器 E103 冷凝后，经泵计量流量，到达残液罐 V104。

如果该物系需要在真空条件下进行，则打开图中绿线部分阀门，通过水抽射泵 P106 可以将整个装置抽成真空。

6. 常压或真空恒沸精馏流程

流程为：添加适量原料 X 和恒沸剂到原料罐 V101 中，由计量泵 P101 预热器 H101 中预加热，分别经阀门 F2 到塔釜，待塔釜有一定的液位后，打开塔釜加热，同时打开循环冷却水。沸点较低的物质首先汽化，经过塔顶换热器 E101 冷凝，冷凝液流入接收器，上层轻组分通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔；下层重组分通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐 V102。（通过调节计量泵 P102 和 P103,调整回流比）。残液经阀门 F11 到塔底换热器 E103 冷凝后，经泵计量流量，到达残液罐 V104。

如果该物系需要在真空条件下进行，则打开图中绿线部分阀门，通过水抽射泵 P106 可以将整个装置抽成真空。

7. 列管式换热器传热系数测定

流程为：添加适量原料到原料罐 V101 中，由进料泵 P101 计量流量后抽送到预热器 H101 中预热后，打开阀门 F2、关闭 F3，料液到达塔釜，待塔釜有一定量料液后，再打开塔釜加热器，同时打开循环冷却水。沸点较低的物质首先汽化，经过塔顶换热器 E101 冷凝到达接收器，一路通过回流阀 F4 和回流泵 P102 经回流预热器 H101 泡点回流到精馏塔；一路通过产品出口阀 F5 和产品泵 P103 到达产品罐 V102。（通过调节计量泵 P102 和 P103,调整回流比）。塔底残液经阀门 F11 到塔底换热器 E103 冷凝后，经泵计量流量，到达残液罐 V104。通过比较蒸汽进口温度 T2 和冷凝液出口温度的温度差，计算换热器 E101 的换热系数。也可以通过减少换热器内部列管数来改变换热器的换热系数。

8. 注意事项

- ① 塔顶放空阀一定要打开，否则容易因塔内压力过大影响实验进行。
- ② 料液一定要加到设定液位 2/3 处方可打开加热管电源，否则塔釜液位过低会使电加热丝露出干烧致坏。
- ③ 预热器旁均有阀门，如 F13、F14、F15，可以判断料液是否加满，以免加热器干烧。
- ④ 取样前应先放空取样管路中残液，再用取样液润洗试管，最后取 10ml 左右样品，盖上盖子并标号以免出错，各个样品尽可能同时取样。
- ⑤ 实验完毕后应先关加热器，待塔内温度降到常温后，再关闭冷却水。

五、实验报告

1. 将塔顶、塔底温度和组成，以及各流量计读数等原始数据列表。
2. 按全回流和部分回流分别用图解法计算理论板数。
3. 计算等板高度（HETP）。
4. 分析并讨论实验过程中观察到的现象。

六、思考题

1. 欲知全回流与部分回流时的等板高度，各需测取哪几个参数？取样位置应在何处？
2. 试分析实验结果成功或失败的原因，提出改进意见。

萃取实训指导书

一、萃取实训学时

实训学时：4（即1个工作日，不含预习及结果处理等内容）。

二、萃取实训教学目标与基本要求

1、实训教学目标：

1.1 萃取是利用混合物中各组分在外加溶剂中溶解度差异而实现分离的单元操作,液-液萃取是工业生产中一种常用的分离液态混合物的方法。本萃取实训通过气泵、离心泵、萃取塔等设备的操作,对萃取前后样品进行取样分析以及转子流量计、报警器等仪器仪表的使用,就地及远程控制操作,使学生掌握萃取操作的相关概念,强调树立牢固的工程观念,特别是对大化工观点的认知,强化手动操作技能训练,训练学生的动手能力和解决问题的能力,为今后实际工作打下一定的专业基础。

1.2 了解和熟悉气泵、离心泵、萃取塔等设备的结构及操作。

1.3 了解并学会气泵的流量调节及手阀调节;轻、重相入口及出口温度测控;轻相泵及重相泵输送压力测控。

1.4 了解并学会玻璃转子流量计、变频器、差压变送器、无纸记录仪、声光报警器、调压模块及各类就地弹簧指针表等的使用。

1.5 了解现场控制台仪表与微机通讯，实时数据采集及过程监控；总控室控制台 DCS 与现场控制台通讯，各操作工段切换、远程监控、流程组态的上传下载等。

1.6 培养学生观察问题，分析问题和实验数据处理的能力，提高相关学科知识的综合运用能力。

1.7 了解和掌握用科学实验解决工程问题的方法。

2. 对学生的基本要求

2.1 实训前的预习

要求学生做好实验前的预习，明确实验目的、原理、要求、步骤、实验需测定的数据，了解所使用的设备、仪器、仪表及工具。

2.2 实训中的操作训练

学生在实验过程中应细心操作，仔细观察，发现问题，考虑问题，在试验中培养自己严谨的科学作风，养成良好的学风。

2.3 实训后的总结

实训完后，认真整理数据，根据实训结果及观察到的现象，加以分析，给出结论，并按规定要求提交实验报告。实验报告内容包括：实验目的、实验流程、操作步骤、数据处理、实验结论及问题讨论。实验报告是考核实训成绩的主要方面，应认真对待。

2.4 实训学生的条件

本实训是基于学生在修完《化工原理》课程后进行的实训环节，每次实训人数 9-12 人/台套。

三. 流程简介（附流程示意图）

加入约 1%苯甲酸-煤油溶液至轻相储槽（V203）至 1/2~2/3 液位，加入清水至重相储槽（V205）至 1/2~2/3 液位，启动萃取剂泵（P202）将清水由上部加入萃取塔内,形成并维持萃取剂循环状态，再启动原料泵

（P201）将苯甲酸-煤油溶液由下部加入萃取塔，通过控制合适的塔底重相（萃取相）采出流量（24~40L/h），维持塔顶轻相液位在视盅低端 1/3 处左右，启动高压气泵向萃取塔内加入空气，增大轻-重两相接触面积，加快轻-重相传质速度，系统稳定后，在轻相出口和重相出口处，取样分析苯甲酸含量，经过分相器（V206）分离后，轻相采出至萃余相储槽(V202)，重相采出至萃取相储槽(V204)。改变空气量和轻、重相的进出口物料流量，取样分析，比较不同操作条件下萃取效果。

4. 设备一览表

项目	名称	规格型号
工艺 设备 系统	空气缓冲罐	不锈钢, $\phi 300 \times 200\text{mm}$
	萃取相储槽	不锈钢, $\phi 400 \times 600\text{mm}$
	轻相储槽	不锈钢, $\phi 400 \times 600\text{mm}$
	萃余相储槽	不锈钢, $\phi 400 \times 600\text{mm}$
	重相储槽	不锈钢, $\phi 400 \times 600\text{mm}$
	萃余分相罐	玻璃, $\phi 125 \times 320\text{mm}$
	重相泵	计量泵, 60L/h

五. 各项工艺操作指标

温度控制：原料泵出口温度：室温； 萃取剂泵出口温度：室温；

流量控制：萃取塔进口空气流量：10~50L/h；

原料泵出口流量：20~50L/h；

萃取剂泵出口流量：20~50L/h；

液位控制：当水位达到萃取塔塔顶（玻璃视镜段）1/3 位置；

压力控制：气泵出口压力：0.01~0.02MPa；

空气缓冲罐压力：0~0.02MPa；

空气管道压力控制：0.01~0.03MPa；

六. 实训操作

6.1 开车前准备

6.1.1 由相关操作人员组成装置检查小组，对本装置所有设备、管道、阀门、仪表、电气、分析等按工艺流程图要求和专业技术要求进行检查。

6.1.2 检查所有仪表是否处于正常状态。

6.1.3 检查所有设备是否处于正常状态。

6.1.4 试电

1. 检查外部供电系统，确保控制柜上所有开关均处于关闭状态。

2. 开启外部供电系统总电源开关。

3. 打开控制柜上空气开关 33（QF1）。

4. 打开 24V 电源开关以及空气开关 10(QF2)，打开仪表电源开关。查看所有仪表是否上电，指示是否正常。

5. 将各阀门顺时针旋转操作到关的状态。

6.1.5 原料准备

1. 取苯甲酸钠一瓶（0.5 公斤），煤油 50 公斤，在敞口容器内配制成苯甲酸钠-煤油饱和溶液，并滤去溶液中未溶解的苯甲酸钠。

2. 将苯甲酸钠-煤油饱和溶液加入轻相储槽，到其容积的 1/2-2/3。

3. 在重相储槽内加入自来水，控制水位在 1/2~2/3。

6.2 开车操作

6.2.1. 关闭萃取塔排污阀(V19)、萃取相储槽排污阀(V23)、萃取塔液相出口阀（及其旁路阀）(V20、V21、V22)。

6.2.2. 开启萃取剂泵进口阀（V25），启动萃取剂泵，开启萃取剂泵出口阀(V27)，以萃取剂泵的较大流量(40L/h)从萃取塔顶向系统加入清水，当水位达到萃取塔塔顶（玻璃视镜段）1/3 位置时，开启萃取塔液相出口阀(V20)，调节控制面板上 C3000 中的萃取塔出水流量，控制萃取塔顶液位稳定。

6.2.3. 在萃取塔液位稳定基础上，将萃取剂泵进口流量降至 24L/h，塔底液水相出口流量控制在 24L/h。

6.2.4. 开启气泵出口阀（V01），启动气泵，关闭空气缓冲罐气体出口阀、放空阀(V04、V05)，当空气缓冲罐充压至 0.01MPa~0.02MPa 时，开启空气流量计进口阀（V05），调节适当的空气流量，保证一定的鼓泡数量。

6.2.5. 观察萃取塔内气液运行情况，调节萃取塔出口流量，维持萃取塔塔顶液位在玻璃视镜段 1/3 处位置。

6.2.6. 开启原料泵进口阀(V14)及出口阀(V18),启动原料泵,将原料泵出口流量调节至12L/h,向系统内加入苯甲酸钠-煤油饱和溶液,观察塔内油-水接触情况,控制进、出塔轻相流量相等,控制油-水界面稳定在玻璃视镜段1/3处位置。

6.2.7. 油层逐渐上升,由塔顶出液管溢出至分相器,在分相器内油-水再次分层,油层经分相器油相出口管道流出至萃余相储槽,水相经分水阀后进入萃取相储槽,分相器内油-水界面控制以水相高度不得超过分相器底封头5cm。

6.2.8. 当萃取系统稳定运行20min后,在萃取塔出口(A201、A203)处油相取样口采样分析。

6.3 改变鼓泡空气量和进、出口物料流量的操作:

6.3.1 关闭萃取塔底部重相液出口阀(V20),停止原料泵,关闭原料泵出口阀门(V18, V19),调节控制面板上C3000将萃取剂泵流量调节至最大流量40L/h,向萃取塔系统加入清水,把萃取塔内油相逐渐压入分相器内,经分相器流出至萃余相储槽。

6.3.2 当系统油相基本撤除后,注意观察分相器内油-水层界面,及时停止萃取剂泵或开启分相器排水阀(V12),防止水相进入萃余相储槽。

6.3.3 当分相器内油相排净后,停止萃取剂泵,开启分相器排水阀(V12),将分相器内的水相排入萃取相储槽。

6.3.4 重复步骤4.2.4~4.2.8中基本操作,仅改变鼓泡空气、轻相、重相流量,继续进行实验。

6.4 停车操作

6.4.1. 停止原料泵，关闭原料泵进出口阀门。

6.4.2. 关闭分相器排水阀（V12），将萃取剂泵流量调整至最大，将萃取塔及分相器内油相全部排入萃余相储槽，操作参照（6.3.1~6.3.3）。

6.4.3. 当萃取塔内、分相器内油相均排入萃余相储槽后，停止萃取剂泵，关闭萃取剂泵出口阀（V27），将分相器内水相，萃取塔内水相排空。

6.4.4. 进行现场清理，保持各设备、管路的洁净。

6.4.5. 做好操作记录。

6.4.6. 切断控制台、仪表盘电源。

6.5 正常操作注意事项

6.5.1 按照要求巡查各界面、温度、压力、流量液位值并做好记录。

6.5.2 分析萃取、萃余相的浓度并做好记录、能及时判断各指标否正常；能及时排污。

6.5.3 控制进、出塔水相流量相等，控制油-水界面稳定在玻璃视镜段 1/3 处位置。

6.5.4 控制好进塔空气流量，防止引起液泛，又保证良好的传质效果。

6.5.5 当停车操作时，要注意及时开启分凝器的排水阀，防止水相进入轻相储槽。

6.5.6 用酸碱滴定法分析苯甲酸浓度。

七. 阀门编号对照表

序号	编号	设备阀门功能	序号	编号	设备阀门功能
1	V01	气泵出口阀	15	V15	轻相储罐入口阀

V2	V02	缓冲罐入口阀	16	V16	原料泵入口阀
3	V03	缓冲罐排污阀	17	V17	排水阀
4	V04	缓冲罐防污阀	18	V18	原料泵出口阀
5	V05	缓冲罐放空阀	19	V19	萃取塔排污阀
6	V06	萃余相储罐排污阀	20	V20	萃取塔重相出口阀
7	V07	萃余相储罐出口阀	21	V21	电磁阀调节阀
8	V08	轻相储罐排污阀	22	V22	电磁阀调节阀
9	V09	轻相储罐出口阀	23	V23	萃取相储罐排污阀
10	V10	轻相储罐出口阀	24	V24	重相储罐排污阀
11	V11	分相器出口阀	25	V25	重相储罐出口阀
12	V12	分相器放空阀	26	V26	重相储罐出口阀
13	V13	分相器出口阀	27	V27	萃取剂泵出口阀
14	V14	分相器出口阀	28	V28	总进水阀门

八. 实训操作报表

时间 min	缓冲罐 压力 MPa	分相器 液位 mm	空气 流量 m ³ /h	萃取 相 流量 L/h	萃余 相 流量 L/h	萃余相进 口浓度 mg(NaOH)	萃余相出 口浓度 mg(NaOH)	萃取相 出口浓 度 mg(NaOH)	萃取效 率, %	操作 记事
										异常 情况 记录

九. 思考题

比较不同操作条件下的实验结果，分析萃取效率的影响因素。

十. 考核

按大纲要求，结合预习、现场操作和实训报告的质量，给出成绩，以优、良、中、及格、不及格计

