

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ЛЕСА»

А.Н. ЗАРУБИНА, А.Н. ИВАНКИН, А.Н. ВЕРЕВКИН, Ю.В. СЕРДЮКОВА

## **ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТОРЫ**

Учебно-методическое пособие  
Рекомендовано к изданию Редакционно-издательским советом  
университета в качестве учебно-методического пособия  
к лабораторным работам  
для студентов направления подготовки бакалавров  
18.03.01 «Химическая технология»

Москва  
Издательство Московского государственного университета леса  
2016

УДК 661.71

334

*Разработано в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом 2016 г. для направления подготовки бакалавров 18.03.01 «Химическая технология» направленности «Химическая технология переработки древесины»*

**Авторы: А.Н. Зарубина, А.Н. Иванкин, А.Н. Веревкин,  
Ю.В. Сердюкова**

Рецензенты: профессор кафедры «Технология древесных плит и пластиков» В.Е. Цветков;  
доцент кафедры «Технология древесных плит и пластиков»  
Ю.В. Пасько

Работа подготовлена на кафедре химии

Химические реакторы: учебно-методическое пособие – М.: Издательство МГУЛ, 2016 – 30 с.

Приведено описание лабораторных работ по дисциплине «Химические реакторы» с кратким изложением теоретических основ по соответствующему разделу дисциплины. После описания методик выполнения работ и оформления получаемых результатов предлагаются вопросы для самопроверки.

УДК 661.71

Учебное издание

**Зарубина Анжелла Николаевна  
Иванкин Андрей Николаевич  
Веревкин Андрей Николаевич  
Сердюкова Юлия Владимировна**

## **ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТОРЫ**

В авторской редакции

Компьютерный набор и верстка А.Н. Зарубиной

По тематическому плану внутривузовских изданий учебной литературы на 2016 г.

Подписано в печать                      Формат 60x90 1/16. Бумага 80 г/м<sup>2</sup>  
Гарнитура «Таймс». Ризография. Усл. печ. л. 2,25.  
Тираж 50 экз.      Заказ №

Издательство Московского государственного университета леса. 141005,  
Мытищи-5, Московская обл., 1-я Институтская, 1, МГУЛ.  
Телефоны: (095)588-5762, 588-5348, 588-5415. Факс: 588-5109.  
E-mail: izdat@mgul.ac.ru

© Зарубина А.Н., Иванкин А.Н.,  
Веревкин А.Н., Сердюкова Ю.В. 2016  
© ФГБОУ ВПО МГУЛ, 2016

## Содержание

Предисловие.....	4
Лабораторная работа 1. Периодический реактор полного смешения .....	5
Вопросы для самостоятельной работы .....	11
Лабораторная работа 2. Проточный реактор полного смешения .....	11
Вопросы для самостоятельной работы .....	16
Лабораторная работа 3. Проточный трубчатый реактор .....	16
Вопросы для самостоятельной работы .....	19
Лабораторная работа 4. Оценка структуры потока в емкостном реакторе малого объема .....	20
Вопросы для самостоятельной работы .....	24
Лабораторная работа 5. Электролитическое получение хлора и гидроксида калия.....	24
Вопросы для самостоятельной работы .....	29
Список рекомендованной литературы .....	30

## Предисловие

Методические указания посвящены описанию лабораторных работ по дисциплине «Химические реакторы» и содержат материалы по определению показателей работы основных типов реакторов. Приведены сведения по используемым приборам и оборудованию, а также даны рекомендации по технике проведения химических анализов.

Выполнение лабораторных работ, представленных в методическом пособии, проводится параллельно с изучением теоретического курса «Химические реакторы».

Цель методических указаний – определение порядка выполнения лабораторных работ для обучающихся. Основной задачей, стоящей перед обучающимися, является соотнесение теоретических основ лекционного курса и практического их воплощения при проведении лабораторных работ. В результате выполнения работ, представленных в методических пособиях, обучающиеся получают профессиональные навыки в выполнении лабораторных исследований, обработке и анализе полученных результатов.

Результаты исследований оформляются в лабораторных тетрадях в виде отчетов, включающих описание лабораторных работ, результаты их выполнения и анализ полученных данных.

В методические указания включены вопросы для самостоятельной работы обучающихся, которые достаточно полно отображают программный материал и могут быть использованы для самопроверки.

## **Лабораторная работа 1. Периодический реактор полного смешения**

Химический реактор – устройство, предназначенное для проведения в нем химических превращений. Это обобщенное понятие, относящееся не только непосредственно к реакторам, но и к колоннам, башням, автоклавам, камерам, печам, контактными аппаратами, полимеризаторам, дожигателями, гидрогенизаторам, окислителями и другим аппаратами, названия которых происходят от их назначения или внешнего вида.

При классификации реакторов принимают во внимание следующие основные признаки:

- 1) характер операции, протекающей в реакторе;
- 2) режим движения реакционной среды;
- 3) тепловой режим;
- 4) фазовое состояние реагентов.

По первому признаку реакторы делят на периодические, непрерывные и полунепрерывные. Реакторы непрерывного действия, т.е. с непрерывной подачей реагентов и отводом продуктов, в свою очередь, подразделяются по характеру движения реакционной среды, т.е. по гидродинамической обстановке в реакторе, на реакторы идеального вытеснения и реакторы идеального смешения.

*Реактор идеального смешения периодического действия* представляет собой аппарат с мешалкой, в который периодически загружают исходные реагенты, находящиеся в реакторе до тех пор, пока не будет достигнута желаемая степень превращения. При этом процесс состоит из трех стадий: загрузки сырья, его обработки (химическое превращение) и выгрузки готового продукта. После завершения последовательности этих стадий они повторяются вновь, т.е. работа реактора осуществляется циклически. Продолжительность

одного цикла, проводимого в периодическом реакторе, определяется по уравнению

$$\tau = \tau_{\text{х.р.}} + \tau_{\text{всп.}} \quad (1)$$

где  $\tau$  – полное время цикла;

$\tau_{\text{х.р.}}$  – рабочее время (затрачиваемое на проведение химической реакции);

$\tau_{\text{всп.}}$  – суммарное время вспомогательных операций, включающее время загрузки реагентов в реактор и время выгрузки реакционной смеси.

В таком реакторе создается весьма интенсивное перемешивание, поэтому в любой момент времени концентрация реагентов одинакова во всем объеме реактора и изменяется лишь во времени, по мере протекания химической реакции. Такое перемешивание можно считать идеальным (рис.1).

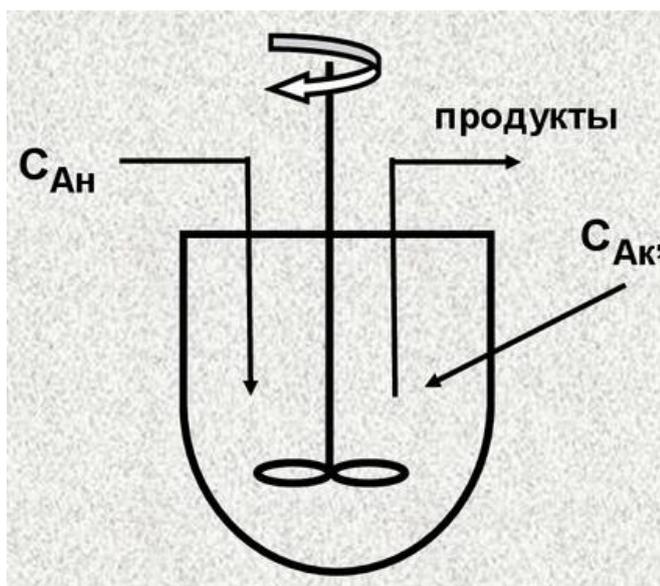
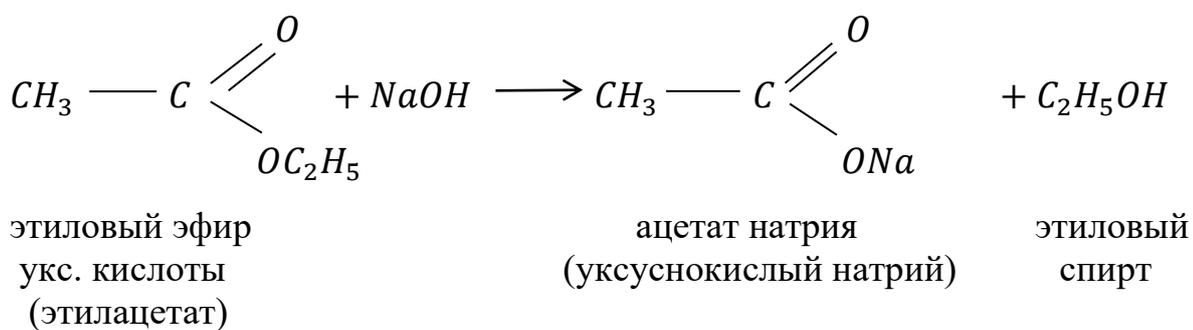


Рис. 1 Схема реактора идеального смешения периодического действия  
 $C_{\text{An}}$  – начальная концентрация реагента А;  $C_{\text{Ak}}$  – конечная концентрация реагента А

Реакторы периодического действия просты по конструкции, требуют небольшого числа вспомогательного оборудования, поэтому они особенно удобны для проведения опытных работ. В промышленности они обычно

используются в малотоннажных производствах и для переработки относительно дорогостоящих химических продуктов.

**Целью** работы является ознакомление с работой периодического реактора полного смешения на примере реакции второго порядка – омыления этилацетата гидроксидом натрия:



**Исходные реагенты:** этилацетат, водный раствор гидроксида натрия, индикатор фенолфталеин, раствор соляной кислоты концентрацией 0,01 моль/л.

### Описание лабораторной установки

Работа периодического реактора полного смешения изучается с помощью лабораторной установки, представленной на рисунке 3.

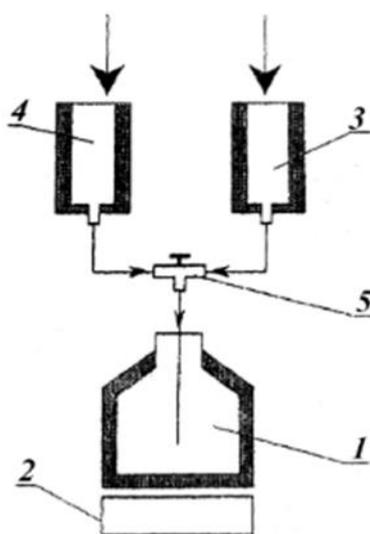


Рис. 2. Схема лабораторной установки реактора полного

смешения периодического действия

1 – реактор полного смешения периодического действия; 2 – магнитная мешалка; 3,4 – делительные воронки; 5 – трёхходовой кран

Из делительных воронок 3 и 4 растворы этилацетата и гидроксида натрия при загрузке подают через трёхходовой кран 5 в реактор 1. Реактор полного смешения периодического действия представляет собой цилиндрический стеклянный сосуд, имеющий штуцер для отбора проб. Перемешивание осуществляют с помощью магнитной мешалки 2. Отбор смеси на анализ осуществляют пипеткой с грушей.

За ходом протекания реакции следят по изменению концентрации гидроксида натрия.

### *Методика проведения эксперимента*

Сначала определяют концентрацию гидроксида натрия в используемом растворе. Для этого в колбу для титрования наливают 20 мл дистиллированной воды и с помощью пипетки с грушей отбирают 1 мл исходного раствора гидроксида натрия. Добавив 2-3 капли индикатора фенолфталеина, титруют раствором соляной кислоты концентрацией 0,01 моль/л до исчезновения розовой окраски.

Концентрацию гидроксида натрия в используемом растворе рассчитывают по формуле:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{V(\text{HCl}) \cdot c(\text{HCl}) \cdot K(\text{HCl})}{V_{\text{пробы}}}, \quad (2)$$

где  $c(\text{NaOH})$  – концентрация гидроксида натрия, моль/л;

$V(\text{HCl})$  – количество соляной кислоты, пошедшей на титрование пробы, мл;

$c(\text{HCl})$  – концентрация раствора соляной кислоты, моль/л;

$K(\text{HCl})$  – поправочный коэффициент к концентрации раствора соляной кислоты;

$V_{\text{пробы}}$  – объем отбираемой пробы, мл.

Расчет концентрации проводят с точностью до четвертого знака.

Затем заливают в делительные воронки заданные объемы растворов этилацетата и гидроксида натрия, открывают трехходовой кран и медленно подают исходные реагенты в реактор. Замеряют время, затраченное на подготовительные операции: загрузку реагентов в делительные воронки, заполнение реактора. Включают магнитную мешалку и обеспечивают интенсивное перемешивание реакционной смеси. Через 1, 5, 10, 15, 20 минут после начала перемешивания по приведенной выше методике проводят определения концентрации гидроксида натрия в реакционной смеси до достижения постоянного значения. Выгружают реакционную смесь из реактора с помощью груши. Замечают время выгрузки.

Начальную концентрацию гидроксида натрия в реакторе рассчитывают по формуле:

$$c_0(\text{NaOH}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH})}{V_{\text{см}}}, \quad (3)$$

где  $c_0(\text{NaOH})$  – начальная концентрация гидроксида натрия в реакторе, моль/л;

$V(\text{NaOH})$  – объем раствора гидроксида натрия, мл;

$V_{\text{см}}$  – объем смеси в реакторе, мл;

$c(\text{NaOH})$  – концентрация раствора гидроксида натрия, определяемая экспериментально и рассчитанная по формуле 1, моль/л.

Начальную концентрацию этилацетата в реакторе определяют по формуле:

$$c_0(\text{ЭА}) = \frac{V(\text{ЭА}) \cdot c(\text{ЭА})}{V_{\text{см}}}, \quad (4)$$

где  $c_0(\text{ЭА})$  – концентрация этилацетата в исходной смеси, моль/л;

$V(\text{ЭА})$  – объем раствора этилацетата, мл;

$V_{\text{см}}$  – объем исходной смеси, мл;

$c(\text{ЭА})$  – концентрация используемого раствора этилацетата, моль/л.

Далее рассчитывают степень превращения гидроксида натрия по формуле:

$$X(\text{NaOH}) = \frac{c_0(\text{NaOH}) - c_\tau(\text{NaOH})}{c_0(\text{NaOH})} \cdot 100, \quad (5)$$

где  $X(\text{NaOH})$  – степень превращения гидроксида натрия, %;

$c_\tau(\text{NaOH})$  – текущая концентрация гидроксида натрия, моль/л.

Степень превращения этилацетата определяют, используя формулу:

$$X(\text{ЭА}) = \frac{c_0(\text{NaOH}) - c_\tau(\text{NaOH})}{c_0(\text{ЭА})} \cdot 100, \quad (6)$$

где  $X(\text{ЭА})$  – степень превращения этилацетата, %;

$(c_0(\text{NaOH}) - c_\tau(\text{NaOH}))$  – количество превращенного гидроксида натрия, равное количеству превращенного этилацетата, моль/л.

Производительность реактора по гидроксиду натрия рассчитывают по формуле:

$$\Pi = \frac{V \cdot c_0(\text{NaOH}) \cdot X(\text{NaOH})}{(\tau_{\text{х.р.}} + \tau_{\text{всп.}}) \cdot 100}, \quad (7)$$

где  $\Pi$  – производительность реактора по гидроксиду натрия, моль/с;

$c_0(\text{NaOH})$  – концентрация гидроксида натрия в исходной смеси, моль/л;

$X(\text{NaOH})$  – степень превращения гидроксида натрия, %

$V$  – объем загружаемой в реактор смеси, л;

$\tau_{\text{х.р.}}$  – время проведения химической реакции, с;

$\tau_{\text{всп.}}$  – суммарное время вспомогательных операций, включающее время загрузки реагентов в реактор и время выгрузки реакционной смеси, с.

Интенсивность работы реактора определяют по формуле:

$$И = \frac{\Pi}{V_p}, \quad (8)$$

где И – интенсивность реактора, моль/(с · л);

Π – производительность реактора по гидроксиду натрия, моль/с;

$V_p$  – объем реактора, л.

По полученным результатам строят график изменения концентрации гидроксида натрия и его степени превращения в ходе реакции, а также графическая зависимость производительности реактора от степени превращения гидроксида натрия.

### ***Вопросы для самостоятельной работы***

1. Дать определение реактору периодического действия полного смешения.
2. Привести характеристическое уравнение реактора периодического действия полного смешения.
3. Перечислить преимущества и недостатки реактора периодического действия полного смешения.
4. Какая из характеристик реакторов – производительность или интенсивность – позволяет сравнивать по эффективности работы эти аппараты?
5. Привести примеры применения моделей реакторов периодического действия полного смешения в химических производствах, использующих древесное сырье.

### **Лабораторная работа 2. Проточный реактор полного смешения**

***Реактор идеального смешения непрерывного действия*** представляет собой аппарат с перемешивающим устройством, например, с механической мешалкой. В него непрерывно подаются реагенты и непрерывно выводятся продукты реакции (рис.3).

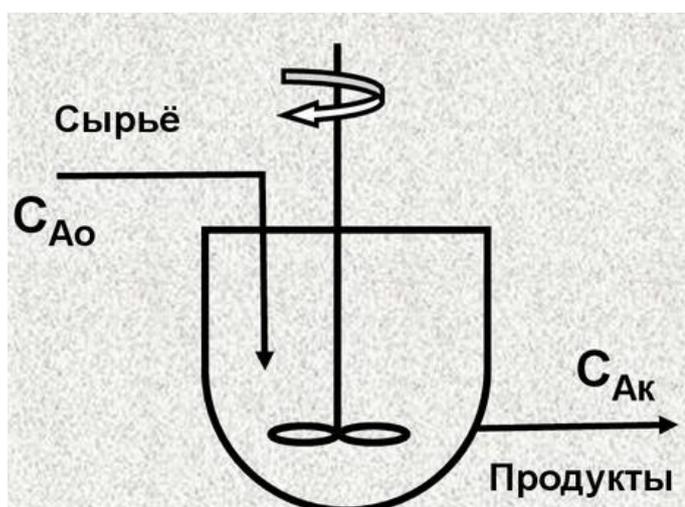


Рис. 3 Схема реактора идеального смешения непрерывного действия  
 $C_{A0}$  – начальная концентрация реагента А;  $C_{Ak}$  – конечная концентрация реагента А

За счет перемешивания реакционной смеси происходит выравнивание технологических параметров по объему реактора, за исключением периода запуска и остановки или при изменении исходных параметров. Такой реактор работает в стационарном режиме с постоянством технологических параметров во времени в произвольно выбранной точке реактора. Смешение поступающей исходной смеси с продуктами реакции приводит к разбавлению исходных реагентов и соответственно к снижению концентрации реагентов и скорости химической реакции, что является недостатком данного реактора. Поэтому данный тип реактора используют при необходимости перемешивания реакционной смеси, например, для проведения гетерогенных реакций, при нагреве или охлаждении реактора для равномерного распределения мелкозернистого катализатора и т.д.

Для обеспечения идеального режима смешения необходима невысокая скорость подачи исходной смеси, интенсивное перемешивание, соизмеримость диаметра и высоты реактора.

**Целью** работы является ознакомление с работой реактора полного смешения непрерывного действия и расчет основных показателей работы реактора.

**Исходные реагенты:** этилацетат, водный раствор гидроксида натрия, индикатор фенолфталеин, раствор соляной кислоты концентрацией 0,01 моль/л.

### **Описание лабораторной установки**

Исходные реагенты из напорной емкости 1 и 2 с помощью компрессоров подают через ротаметры 3 и 4 для установления объемных расходов реагентов в проточный реактор полного смешения 5 (рис.4).

Периодический реактор полного смешения представляет собой цилиндрический сосуд, имеющий штуцер для отбора проб.

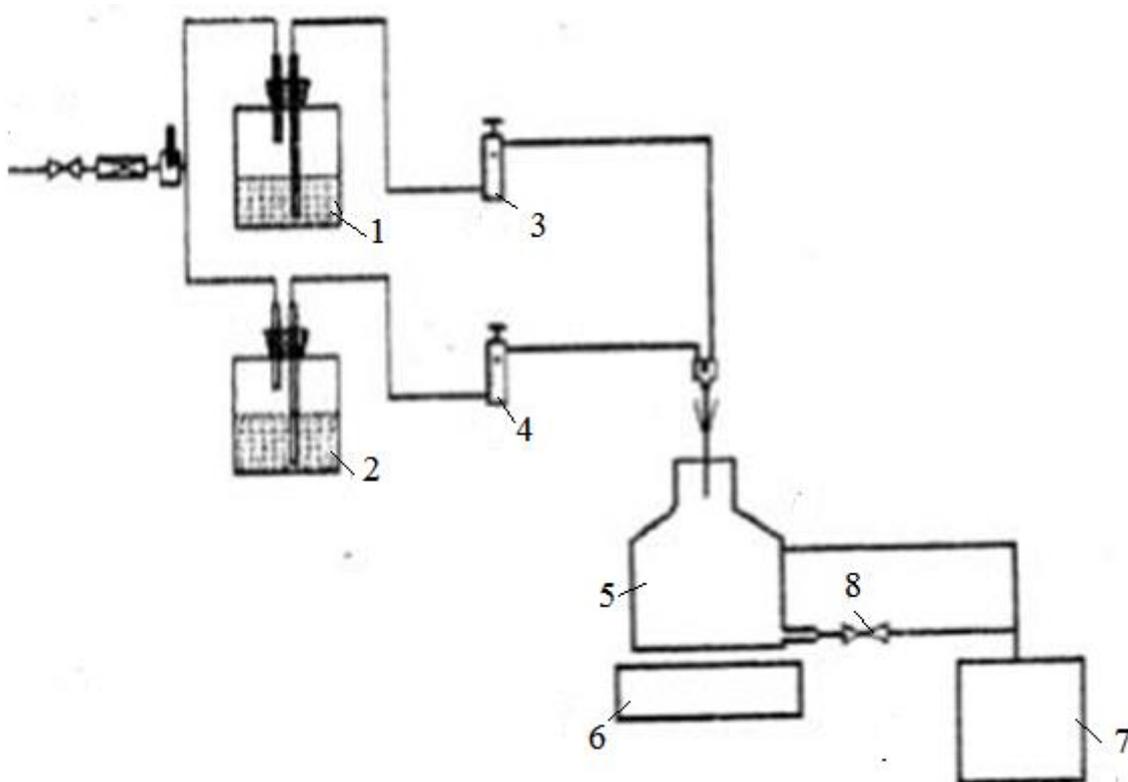


Рис. 4. Схема лабораторной установки реактора полного смешения непрерывного действия

1 – емкость с раствором гидроксида натрия; 2 – емкость с раствором этилацетата; 3,4 – ротаметры; 5 – проточный реактор полного смешения; 6 – магнитная мешалка; 7 – емкость для сбора реакционной смеси; 8 – кран

Перемешивание в реакторе осуществляется магнитной мешалкой 6. Из реактора продукты реакции выливают в емкость для сбора реакционной смеси 7. Кран 8 позволяет регулировать объем реакционной смеси, заполняющий реактор.

### *Методика проведения эксперимента*

Используя заданные преподавателем исходные данные (объемный расход смеси реагентов и объемную долю раствора гидроксида натрия в смеси) рассчитывают объемный расход водного раствора гидроксида натрия:

$$V(\text{NaOH}) = V_{\text{см}} \cdot \vartheta, \quad (9)$$

где  $V(\text{NaOH})$  – объемный расход раствора гидроксида натрия, мл/с;

$V_{\text{см}}$  – объемный расход смеси реагентов, мл/с;

$\vartheta$  – объемная доля раствора гидроксида натрия в смеси.

Объемный расход этилацетата  $V(\text{ЭА})$  рассчитывают как разницу между объемным расходом всей смеси  $V_{\text{см}}$  и объемным расходом гидроксида натрия  $V(\text{NaOH})$

$$V(\text{ЭА}) = V_{\text{см}} - V(\text{NaOH}), \quad (10)$$

Объемный расход реагентов и продуктов реакции устанавливают с помощью вентиля на ротаметрах. Включают магнитную мешалку реактора и визуально убеждаются в интенсивном перемешивании реакционной смеси. Добавляют 2-3 капли индикатора фенолфталеина в реактор и анализируют эффективность перемешивания, отмечают время введения индикатора.

Поддерживая установленные расходы реагентов, дожидаются исчезновения окраски в реакторе. Исчезновение окраски будет свидетельствовать о полном вымывании индикатора из реактора, т.е. об установлении гидродинамического стационарного режима.

Определяют время выхода реактора на стационарный режим работы. После установления стационарного режима отбирают пробу реакционной смеси и анализируют ее на содержание гидроксида натрия.

Для этого в колбу для титрования наливают 20 мл дистиллированной воды и с помощью пипетки отбирают 1 мл реакционной смеси из реактора, добавляют 2-3 капли индикатора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты концентрацией 0,01М до исчезновения розовой окраски.

Концентрацию гидроксида натрия рассчитывают по формуле (2).

После выполнения задания выключают мешалку и прекращают подачу исходных реагентов.

Концентрацию гидроксида натрия в исходной смеси определяют по формуле:

$$c_0(\text{NaOH}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot c_{\text{бут}}(\text{NaOH})}{V_{\text{см}}}, \quad (11)$$

где  $c_0(\text{NaOH})$  – концентрация гидроксида натрия в исходной смеси, моль/л;

$V(\text{NaOH})$  – объемный расход раствора гидроксида натрия, мл/с;

$V_{\text{см}}$  – объемный расход смеси, мл/с;

$c_{\text{бут}}(\text{NaOH})$  – молярная концентрация раствора гидроксида натрия в бутылки, моль/л

Концентрацию этилацетата в исходной смеси рассчитывают по формуле:

$$c_0(\text{ЭА}) = \frac{V(\text{ЭА}) \cdot c_{\text{бут}}(\text{ЭА})}{V_{\text{см}}}, \quad (12)$$

где  $c_0(\text{ЭА})$  – концентрация этилацетата в исходной смеси, моль/л;

$V(\text{ЭА})$  – объемный расход раствора этилацетата, мл/с;

$c_{\text{бут}}(\text{ЭА})$  – молярная концентрация раствора этилацетата в бутылки, моль/л;

$V_{\text{см}}$  – общий объемный расход смеси, мл/с.

Затем определяют степень превращения гидроксида натрия на выходе из реактора:

$$X(\text{NaOH}) = \frac{c_0(\text{NaOH}) - c(\text{NaOH})}{c_0(\text{NaOH})} \cdot 100\%, \quad (13)$$

где  $X(\text{NaOH})$  – степень превращения гидроксида натрия на выходе из реактора, %;

$c_0(\text{NaOH})$  – концентрация гидроксида натрия в исходной смеси, моль/л;

$c(\text{NaOH})$  – концентрация гидроксида натрия, моль/л.

Рассчитывают степень превращения этилацетата по формуле:

$$X(\text{ЭА}) = \frac{c_0(\text{ЭА}) - c(\text{ЭА})}{c_0(\text{ЭА})} \cdot 100\%, \quad (14)$$

где  $X(\text{ЭА})$  – степень превращения этилацетата на выходе из реактора, %;

$c_0(\text{ЭА})$  – концентрация этилацетата в исходной смеси, моль/л;

$c(\text{ЭА})$  – концентрация этилацетата, моль/л.

Производительность реактора определяют по формуле:

$$\Pi = \frac{V_{\text{см}} \cdot c_0(\text{NaOH}) \cdot X(\text{NaOH})}{100}, \quad (15)$$

где  $\Pi$  – производительность реактора, моль/·с;

$V_{\text{см}}$  – объемный расход смеси реагентов, л/с;

$X(\text{NaOH})$  – степень превращения гидроксида натрия на выходе из реактора, %.

Интенсивность реактора рассчитывают по формуле:

$$И = \frac{\Pi}{V_p}, \quad (16)$$

где  $И$  – интенсивность реактора, моль/(с · л);

$V_p$  – объем реактора, л.

### ***Вопросы для самостоятельной работы***

1. Дать определение реактору полного смешения непрерывного действия.
2. Привести характеристическое уравнение реактора полного смешения непрерывного действия.
3. С какой целью устанавливается каскад реакторов полного смешения?
4. Перечислить основные требования к химическим реакторам.
5. Привести примеры применения моделей реакторов непрерывного действия полного смешения в химических производствах, использующих древесное сырье.

### **Лабораторная работа 3. Проточный трубчатый реактор**

Проточный трубчатый реактор используется для проведения гомогенных реакций в тех случаях, когда отсутствует необходимость в интенсивном перемешивании реагентов. Технологические параметры изменяются по длине реактора. В выбранной точке реактора в установившемся режиме значения параметров сохраняются неизменными во времени, т.е. он работает в стационарном режиме.

Моделью проточного трубчатого реактора является *реактор идеального вытеснения непрерывного действия*, который предполагает отсутствие перемешивания в продольном направлении. В проточных реакторах подача реагентов и отвод продуктов реакции осуществляется непрерывно (рис.5).

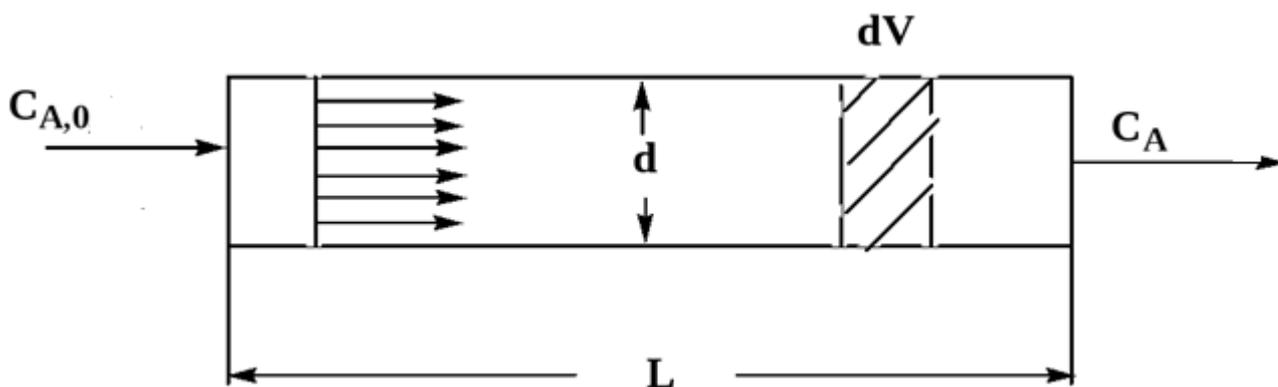


Рис. 5. Схема реактора идеального вытеснения непрерывного действия  
 $C_{A,0}$  – начальная концентрация реагента А;  $C_A$  – конечная концентрация реагента А;  $dV$  – элементарный объем реактора;  $d$  – диаметр реактора;  $L$  – длина реактора

Если в периодическом реакторе можно измерить продолжительность реакции, то в реакторе непрерывного действия этого сделать нельзя, так как при установившемся режиме в этих реакторах параметры не меняются со временем. В связи с этим для непрерывных реакторов применяют понятие условного времени пребывания реагентов в системе (времени контакта).

**Целью** работы является ознакомление с работой проточного трубчатого реактора и расчет основных показателей его работы.

**Исходные реагенты:** этилацетат, водный раствор гидроксида натрия, индикатор фенолфталеин, раствор соляной кислоты концентрацией 0,01 моль/л.

### *Описание лабораторной установки*

Исходные реагенты из напорной емкости 1 и 2 с помощью компрессоров подают через ротаметры 3 и 4 для установления объемных расходов реагентов (рис.6). Реактор состоит из пяти секций 5, каждая из которых представляет собой трубку диаметром 0,8 см и длиной 100 см. Реакция происходит по мере движения смеси через реактор. Для определения концентрации гидроксида натрия в реакционной смеси по длине реактора установлены пробоотборники 6. Для определения концентрации гидроксида натрия в реакционной смеси по длине реактора установлены пробоотборники 6.

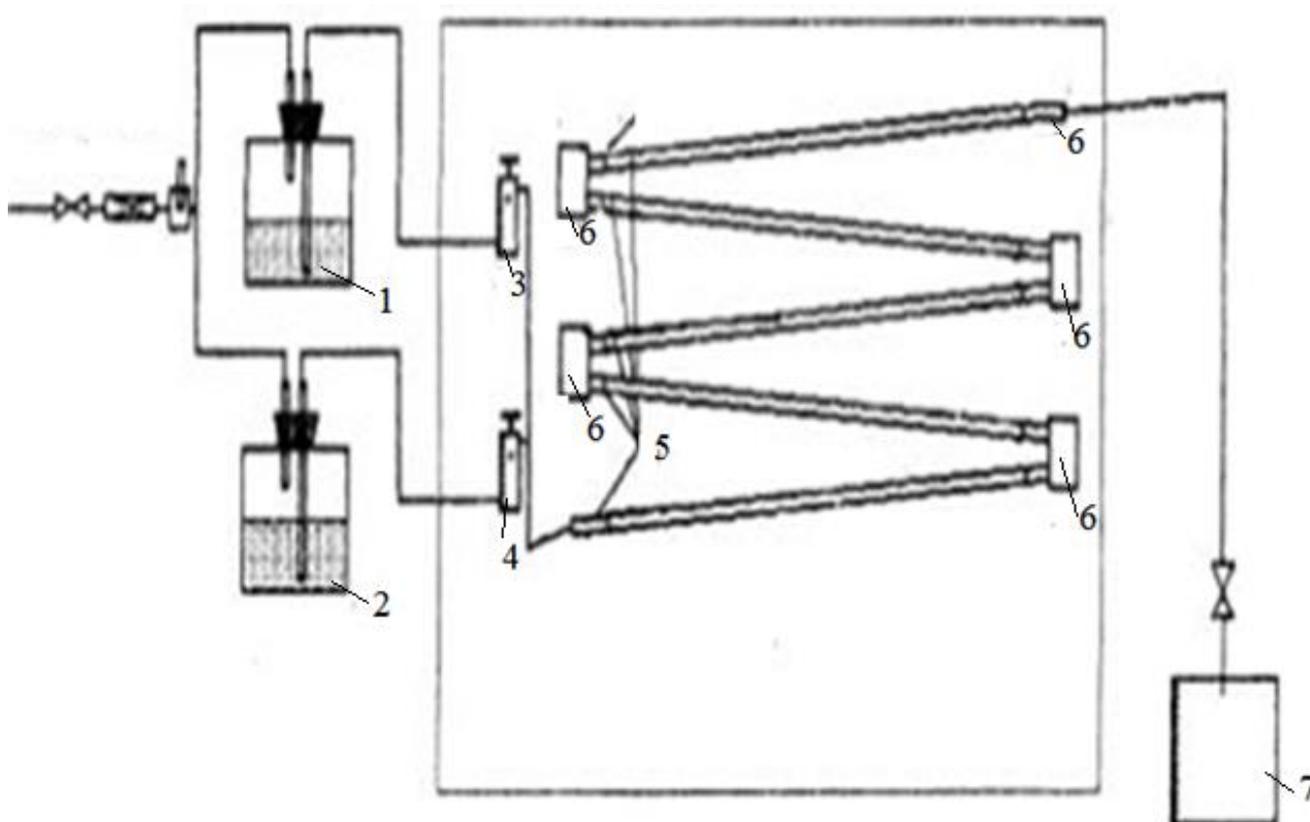


Рис. 6. Схема лабораторной установки проточного трубчатого реактора  
1 – емкость с раствором гидроксида натрия; 2 – емкость с раствором этилацетата; 3,4 – ротаметры; 5 – секции проточного трубчатого реактора; 6 – пробоотборники; 7 – емкость для сбора реакционной смеси

### *Методика проведения эксперимента*

Используя заданные преподавателем исходные данные (объемный расход смеси реагентов и объемную долю раствора гидроксида натрия в смеси) рассчитывают объемный расход водного раствора гидроксида натрия по формуле (9). Объемный расход этилацетата  $V(\text{ЭА})$  определяют по формуле (10).

Объемный расход реагентов и смеси продуктов реакции устанавливают с помощью вентиля на ротаметрах. После выхода реактора на стационарный режим, не останавливая работу реактора, последовательно отбирают пробы из пяти пробоотборников. Затем прекращают подачу исходных реагентов.

Отобранные пробы реакционной смеси анализируют на содержание гидроксида натрия. Для этого в колбу для титрования наливают 20 мл дистиллированной воды и с помощью пипетки отбирают 1 мл пробы, добавляют 2-3 капли индикатора фенолфталеина и титруют 0,01М раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Концентрацию гидроксида натрия в каждой из пяти проб рассчитывают по формуле (2).

Концентрацию гидроксида натрия в исходной смеси рассчитывают по формуле (11). Концентрацию этилацетата в исходной смеси определяют по формуле (12).

Затем определяют степень превращения гидроксида натрия на выходе из реактора по формуле (13) и степень превращения этилацетата по формуле (14).

Расчет время пребывания реагентов в реакторе ведут по формуле:

$$\tau = \frac{V_p}{V_{см}}, \quad (17)$$

где  $V_{см}$  – объемный расход смеси, мл/с;

$V_p$  – объем реактора, мл.

Далее рассчитывают производительность реактора по формуле (15).

Интенсивность реактора определяют по формуле (16).

### ***Вопросы для самостоятельной работы***

1. Дать определение реактору идеального вытеснения.
2. Привести характеристическое уравнение реактора идеального вытеснения.
3. Охарактеризовать преимущества и недостатки реактора идеального вытеснения.
4. Какой реактор – периодического или непрерывного действия – экономически выгоднее устанавливать при высокой производительности?

#### **Лабораторная работа 4. Оценка структуры потока в емкостном реакторе малого объема**

Емкостные реакторы используют в лесопромышленном комплексе, например, в спиртодрожжевом производстве. Обычно их рассчитывают по упрощенной методике, исходя из модели идеального перемешивания. Однако чем больше объем реактора, тем сложнее соблюсти условия идеального перемешивания: оно становится неоднородным, возникают байпас и застойные зоны. Все это приводит в конечном итоге к искажению результатов расчета. Их корректировку можно произвести, учитывая структуру потока.

*Целью* данной работы является изучение роли перемешивания в реакторе небольшого объема.

##### ***Описание лабораторной установки***

Структура потока исследуется в цилиндрическом реакторе объемом 14 л с использованием однопараметрической ячеечной модели со ступенчатым вводом трассера. В качестве трассера использовался поток холодной воды расходом 1 л/мин, который вводился в горячую воду, залитую в реактор. Схема установки для проведения опытов изображена на рис. 7.

Согласно ячеечной модели число ячеек идеального перемешивания  $n$  в реальном реакторе определяет структуру потока ( $n = 1$  – идеальное перемешивание,  $n > 5$  – идеальное вытеснение,  $1 < n < 5$  – реальный случай). Их расчет базируется на определении функции отклика для данного аппарата и

вычислении на ее основе среднего времени пребывания и дисперсии разброса значений времени пребывания, обратная величина которой дает искомое значение  $n$ .

Функция отклика в работе определяется экспериментально через температуру выходящего из емкости потока воды при числе оборотов пропеллерной мешалки  $n_{об} \approx 10 \text{ с}^{-1}$  и без перемешивания:

$$I_i = \frac{t_{\text{ВЫХ } i} - t_{\text{ВХ}}}{t_{\text{ВЫХ } 0} - t_{\text{ВХ}}} = f(\tau_i), \quad (18)$$

где  $I_i$  – функция отклика;

$t_{\text{ВХ}}$  – температура на входе в реактор, °С;

$t_{\text{ВЫХ } i}$  – температура на выходе из реактора при  $i$ -ом замере, °С;

$t_{\text{ВЫХ } 0}$  – температура на выходе из реактора в начальный момент времени, °С.

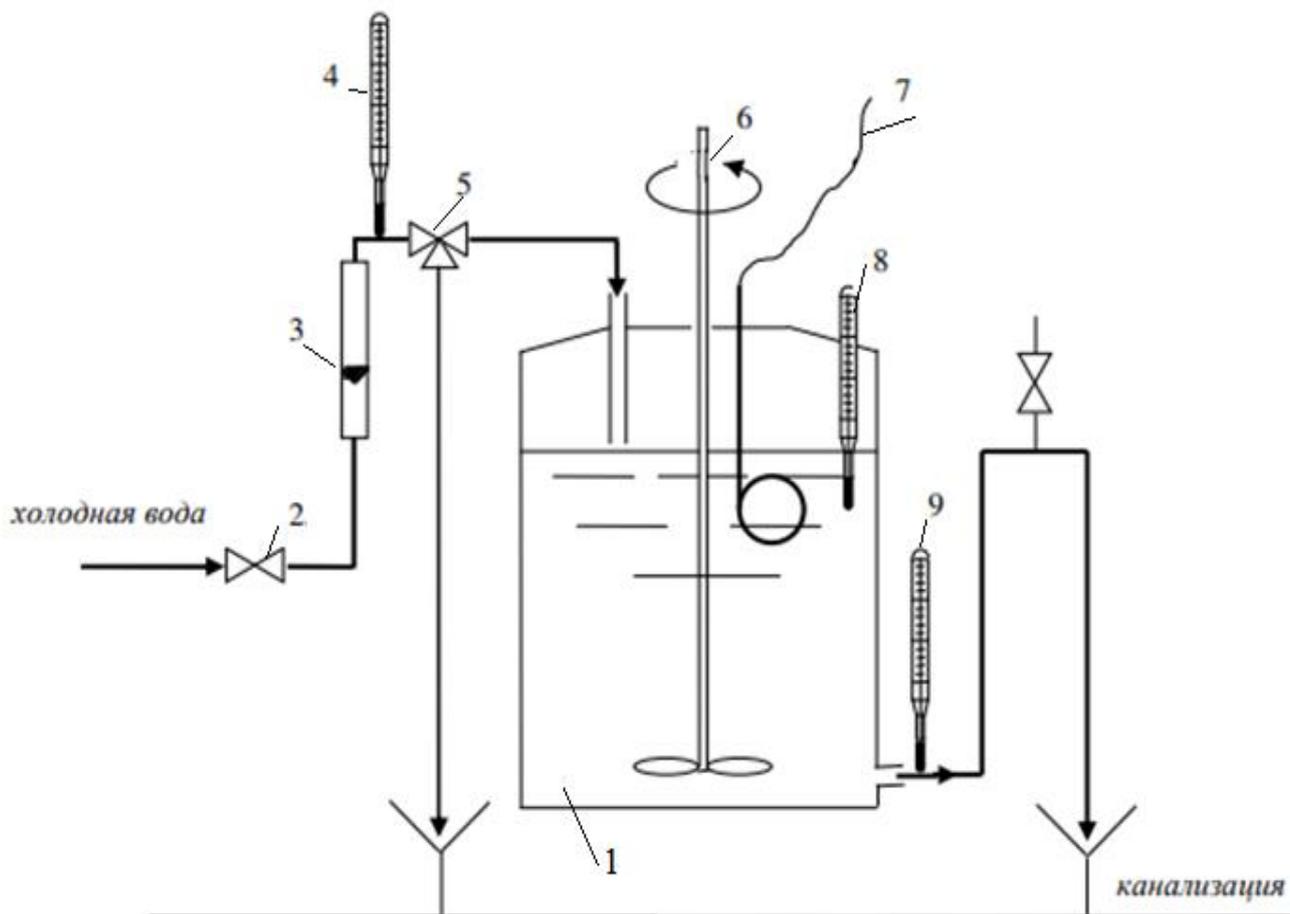


Рис. 7. Схема лабораторной установки для изучения структуры потока в емкостном реакторе

1 – реактор; 2 – вентиль подачи холодной воды (трассера); 3 – расходомер; 4,8,9 – термометры; 5 – трехходовой кран; 6 – мешалка; 7 – нагреватель

### Методика проведения эксперимента

Воду в реакторе 1 нагревают с помощью нагревателя 7 до температуры около 50 °С, величину которой контролируют по термометру 8. Затем в реактор подают поток холодной воды – трассера, расход которого регулируют вентилем 2 с помощью ротаметра 3, а температуру на входе в реактор  $t_{вх}$  измеряют термометром 4. В ходе опыта через определенные промежутки времени ( $\Delta \tau_i = 5$  мин) с помощью термометра 9 фиксируют температуру  $t_{вых}$  на выходе из реактора.

Данные опытов вносят в таблицу.

Таблица

№ замера, $i$	$\tau_i, \text{мин}$	$t_{вых\ i} - t_{вх}, \text{°C}$	$I_i = \frac{t_{вых\ i} - t_{вх}}{t_{вых\ 0} - t_{вх}}$	$\tau_i I_i, \text{мин}$

Полученные данные представляют собой численную зависимость  $I_i = f(\tau_i)$ .

Она используется для вычисления среднего времени пребывания частиц жидкости в емкости  $\tau_{пр}^{ср}$  по формуле средневзвешенного:

$$\tau_{пр}^{ср} = \int_0^{\infty} I(\tau) d\tau \quad (19)$$

Математический вид функции  $I(\tau)$  неизвестен, поэтому интеграл вычисляют либо графически, либо численными методами. При использовании численного метода трапеций

$$\begin{aligned}
\tau_{\text{пр}}^{\text{ср}} &= \int_0^{\infty} I(\tau) d\tau \\
&\approx 0,5(I_0 + I_1)\Delta\tau + \dots + 0,5(I_{i-1} + I_i)\Delta\tau + \dots + 0,5(I_{12-1} + I_{12})\Delta\tau \\
&= 0,5(I_0 + I_1 + \dots + I_{i-1} + I_i + \dots + I_{12-1} + I_{12})\Delta\tau \\
&= (0,5I_0 + \sum_{i=1}^{N-12} I_i)\Delta\tau \tag{20}
\end{aligned}$$

Полученная величина позволяет определить дисперсию разброса безразмерного приведенного времени пребывания частиц жидкости относительно их среднего времени пребывания по формуле:

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{2}{(\tau_{\text{пр}}^{\text{ср}})^2} \left( \int_0^{\infty} \tau \cdot I(\tau) d\tau \right) - 1 \tag{21}$$

Для вычисления определенного интеграла можно также использовать метод трапеций:

$$\begin{aligned}
&\int_0^{\infty} \tau \cdot I(\tau) d\tau = \\
&= 0,5(\tau_0 I_0 + \tau_1 I_1)\Delta\tau + \dots + 0,5(\tau_{i-1} I_{i-1} + \tau_i I_i)\Delta\tau + \dots \\
&+ 0,5(\tau_{12-1} I_{12-1} + \tau_{12} I_{12})\Delta\tau
\end{aligned}$$

Подставив последнее выражение в формулу (21), получают рабочее уравнение для расчета  $\sigma_{\theta}^2$ :

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{2}{(\tau_{\text{пр}}^{\text{ср}})^2} \left( \sum_{i=1}^{12} \tau_i I_i \right) \Delta\tau - 1 \tag{22}$$

Окончательно число ячеек идеального перемешивания для изученного реактора  $n$  равно:

$$n = \frac{1}{\sigma_{\theta}^2} \tag{23}$$

Полученная величина  $n$  будет свидетельствовать о работе реактора в условиях модели идеального смешения.

Опыт по определению кривой отклика повторяют в отсутствие перемешивания. Полученные данные вносят в таблицу 1. Используя данные

таблицы 1 и формулы (19), (21) и (23), вычисляют время пребывания, дисперсию разброса и число ячеек. Сравнивают полученные значения числа ячеек с перемешиванием и без него.

Для проверки выводов о работе реактора в условиях, близких к идеальному смешению, рассчитывают концентрацию реагента на выходе из реактора  $C(A)_{\text{вых}}$ . Для этого используют формулу расчета степени превращения  $X_A$ :

$$X_A = 1 - \frac{1}{\left(1 + \frac{k\tau_{\text{пр}}}{n}\right)^n} \quad (24)$$

Находят концентрацию  $C_{\text{вых}}(A)$ :

$$C(A)_{\text{вых}} = C(A)_{\text{вх}}(1 - X_A) = \frac{C(A)_{\text{вх}}}{\left(1 + \frac{k\tau_{\text{пр}}}{n}\right)^n} \quad (25)$$

Приняв величину произведения константы скорости реакции  $k$  на время пребывания  $k \times \tau_{\text{пр}} = 0,8$  и с учетом структуры потока определяют  $C(A)'_{\text{вых}}$ :

$$C(A)'_{\text{вых}} = \frac{C(A)_{\text{вх}}}{\left(1 + \frac{0,8}{1,39}\right)^{1,39}} = 0,532 C(A)_{\text{вх}} \quad (26)$$

Затем рассчитав  $C(A)_{\text{вых}}$  по модели идеального перемешивания ( $n = 1$ ), определяют относительную ошибку:

$$\delta = \frac{C(A)_{\text{вых}} - C(A)'_{\text{вых}}}{C(A)_{\text{вых}}} \quad (27)$$

### ***Вопросы для самостоятельной работы***

1. Число ячеек модели при идеальном перемешивании, при идеальном вытеснении и в реальном реакторе.
2. Назначение ротаметров в установке.
3. Что играло роль трассера при выполнении эксперимента?
4. От чего зависит тип механической мешалки, выбираемой для химического реактора?

## Лабораторная работа 5. Электролитическое получение хлора и гидроксида калия

Электролиз раствора хлорида калия – наиболее типичный пример электрохимического процесса в водном растворе. Это также наиболее простой и экономичный метод одновременного получения трех ценных продуктов – хлора, водорода и гидроксида калия из дешевого и широко распространенного сырья. Газообразные продукты электролиза раствора хлорида калия – хлор и водород – при любом способе электролиза (с применением разделительной диафрагмы и без нее) отличаются высокой концентрацией и чистотой. Производимый в процессе гидроксид калия также получается высококонцентрированным и химически чистым.

Водный раствор хлорида калия в результате диссоциации содержит ионы:  $K^+$ ,  $Cl^-$ ,  $H^+$  и  $OH^-$



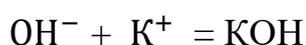
При электролизе такого раствора теоретически возможен разряд катионов  $K^+$  и  $H^+$  на катоде, анионов  $Cl^-$  и  $OH^-$  на аноде. Какие из этих ионов и в какой последовательности будут в действительности разряжаться на электродах, зависит от величины и соотношения потенциалов разряда ионов в растворе хлорида калия:  $\Phi_{H^+} = -0,415 \text{ В}$ ,  $\Phi_{K^+} = -2,71 \text{ В}$ . Поэтому из водных растворов, несмотря на низкую концентрацию в них водородных ионов, на твердом катоде выделяется исключительно водород. В условиях диафрагменной (мембранной) электролитической ванны, где катод и анод – стальные или угольные, а диафрагма – пористая (керамическая, асбестовая или др.), соотношение потенциалов таково, что основные электродные процессы следующие:



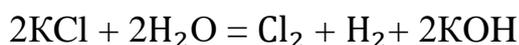
Равновесный потенциал выделения кислорода в насыщенном растворе  $KCl$ :  $\Phi_{O_2(OH^-)} = +0,82 \text{ В}$ , а для хлора  $\Phi_{Cl_2} = +1,33 \text{ В}$ . По соотношению этих потенциалов на аноде должен идти в первую очередь разряд ионов  $OH^-$  с

выделением кислорода. Но на угольных и графитовых анодах кислород выделяется с большим перенапряжением, поэтому потенциал перенапряжения хлора становится меньше кислородного потенциала и на аноде идет в основном разряд ионов  $\text{Cl}^-$  с образованием элементарного хлора. Выделению хлора способствует повышение концентрации хлорида калия в исходном растворе вследствие уменьшения при этом величины равновесного потенциала разряда  $\text{Cl}^-$ .

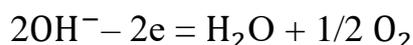
В результате первичного процесса у катода остаются ионы  $\text{OH}^-$ , которые в равновесии с ионами  $\text{K}^+$  образуют гидроксид калия:



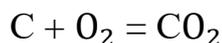
Суммарный процесс электролиза может быть представлен схемой:



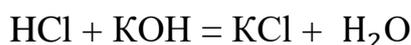
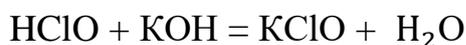
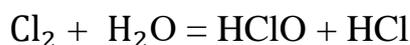
В результате разряда ионов  $\text{OH}^-$  на аноде, хотя и в незначительной степени, выделяется кислород по уравнению:



и при взаимодействии кислорода с углеродом анода идет вторичный процесс:



Газообразный хлор, частично растворяясь в анолите и взаимодействуя с водой и щелочью, образует гипохлорит, хлорат и хлорид калия по уравнениям реакций:



Все эти побочные процессы снижают выход по току по основным продуктам, особенно окисление  $\text{KClO}$  до  $\text{KClO}_3$ , на которое затрачивается наиболее значительная доля электрического тока. Для предотвращения возникновения вторичных процессов или их уменьшения необходимо, чтобы

продукты электролиза не смешивались, поэтому применяют пористую диафрагму, которая разделяет катодное и анодное пространства.

**Целью** данной работы является знакомство с работой модельной установки для электролитического получения хлора и гидроксида калия и с методикой исследования этого процесса.

**Исходные реагенты:** вода дистиллированная, хлорид калия, раствор фенолфталеина, 0,5 н раствор серной кислоты, раствор пероксида водорода, пипетка на 20 мл, коническая колба на 200 мл, бюретка, секундомер, технические весы.

### **Описание лабораторной установки**

Электролиз раствора хлорида калия проводят в установке, схема которой приведена на рис.8. Емкость 6, разделенная мембраной 8 на катодное и анодное пространство, заполняется раствором электролита. С помощью трансформатора 10 устанавливается заданное значение напряжения. На электроды 5 и 9 подается электричество, сила тока которого определяется с помощью амперметра 11.

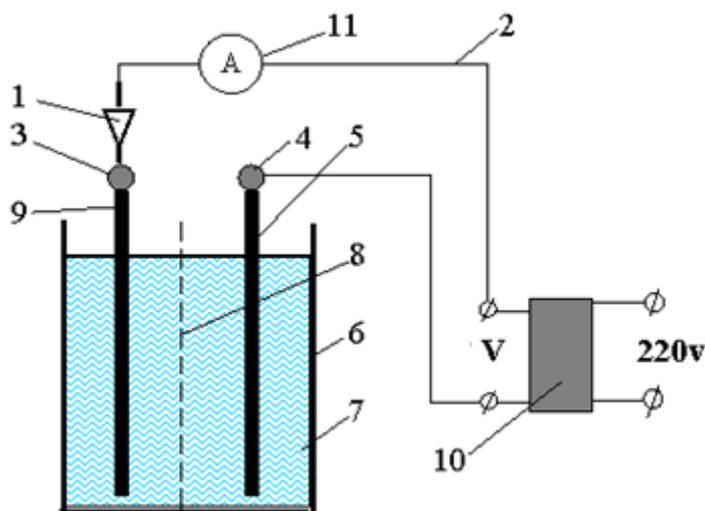


Рис. 8. Установка для электролитического процесса

1 – диод Д203; 2 – электропровод; 3 – клемма присоединения к аноду; 4 – клемма присоединения к катоду; 5 – катод; 6 – емкость; 7 – раствор хлорида

калия; 8 – разделительная мембрана с размером пор 1-5 мкм; 9 – анод; 10 – трансформатор; 11 – амперметр

### ***Методика проведения эксперимента***

Приготовить раствор хлорида калия с концентрацией, заданной преподавателем. Провести электролиз раствора хлорида калия на установке, представленной на рис. 6. Для этого раствор хлорида калия залить в емкость б. Убедиться, что установка готова к работе. Установить с помощью трансформатора 10 заданное преподавателем напряжение (контроль вести за током по амперметру 11). Электролиз вести в течение заданного времени. Постоянно следить за силой тока по амперметру! Затем установку отключить от электрической сети. Перелить анолит и католит в отдельные емкости и измерить их объем.

Провести анализ католита на содержание гидроксида калия по следующей методике: берут пипеткой 20 мл раствора и переносят их в коническую колбу емкостью 200 мл. Пробу разбавляют дистиллированной водой, прибавляют несколько капель раствора фенолфталеина и титруют 0,5 н раствором серной кислоты.

Если фенолфталеин от действия гипохлорида калия обесцвечивается, то последний необходимо разрушить несколькими каплями раствора пероксида водорода.

Содержание гидроксида калия в растворе рассчитывается по формуле:

$$c(KOH) = \frac{a \cdot 0,5 \cdot 0,056 \cdot 1000}{20}, \quad (28)$$

где  $c(KOH)$  – содержание гидроксида калия в растворе, г/л;

$a$  – количество миллилитров 0,5 н раствора кислоты, пошедшего на титрование;

0,056 – количество граммов гидроксида калия в 1 мл нормального раствора.

Выход по току определяется по формуле:

$$K = \frac{m_o}{m} \cdot 100\%, \quad (29)$$

где  $m_0$  – практически полученное количество продукта, г;  
 $m$  – теоретическое количество продукта, которое могло бы выделиться в процессе электролиза, г.

Если через раствор в процессе опыта протекал ток силой  $I$  в продолжении  $t$  часов, то масса полученного гидроксида калия определяется как:

$$m = I \cdot t \cdot \text{ЭВ}, \quad (30)$$

где  $I$  – сила тока, А;  
 $t$  – продолжительность электролиза, час;  
ЭВ – электрохимический эквивалент вещества  
(для гидроксида калия равен  $2,089 \text{ г/А} \cdot \text{час}$ ).

Полученное количество продукта  $m_0$  определяется по концентрации и количеству катодной жидкости:

$$m_0 = c(\text{KOH}) \cdot V_K, \quad (31)$$

где  $c(\text{KOH})$  – концентрация KOH в катодите, г/л;

$V_K$  – объем раствора в катодном пространстве, л.

### ***Вопросы для самостоятельной работы***

1. Дать определение электролиза.
2. Применение электролиза в промышленности.
3. Зависимость выхода продуктов электролиза от силы тока.
4. Чем занимается новая отрасль техники хемотроника?

### Список рекомендованной литературы

1. Жилин, Ю.Н. Химические реакторы. Учебно-методическое пособие по выполнению курсовой работы. – М.: ФГБОУ ВПО МГУЛ, 2015. – 14 с.
2. Жилин, Ю.Н. Химические реакторы. Учебное пособие. – М.: ФГБОУ ВПО МГУЛ, 2015. – 88 с.
3. Жилин, Ю.Н. Химические и биореакторы: учеб.-методич. пособие / Ю.Н. Жилин, А.Н. Иванкин – М.: ФГБОУ ВПО МГУЛ, 2014. – 24 с.
4. Глебов М.Б., Кафаров В.В. Математическое моделирование основных процессов химических производств: учеб. пособие для вузов. – М.: Высш. шк., 1991. – 400 с.
5. Островский Г.М. (ред.) Новый справочник химика и технолога. Том 9-10. Процессы и аппараты химической технологии. Часть II. – М.: АНО НПО «Профессионал». 2006. – 916 с.