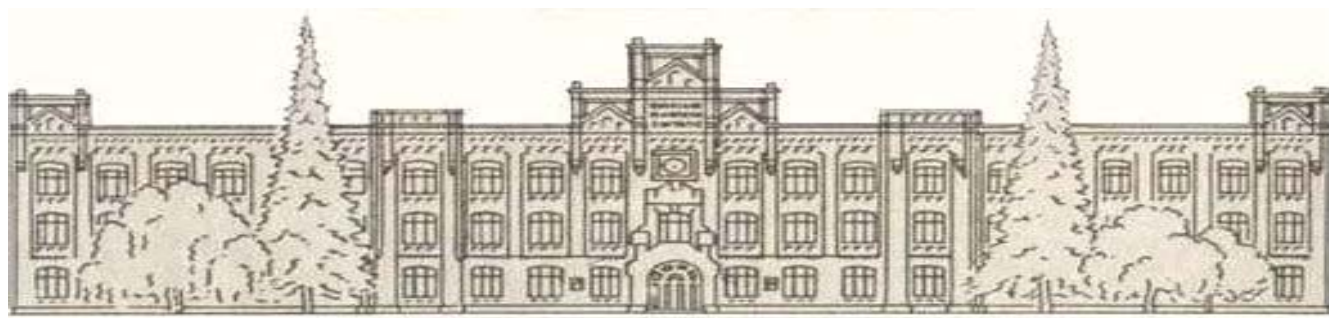


МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ”



**ДОСЛІДЖЕННЯ
УЛЬТРАФІЛЬТРАЦІЙНОГО МЕМБРАННОГО
РОЗДІЛЕННЯ РОЗЧИНІВ В УСТАНОВЦІ
ТУПИКОВОГО ТИПУ**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ПРОВЕДЕННЯ НДРС З ДИСЦИПЛІНИ
“ УСТАТКУВАННЯ МЕМБРАННОЇ ТА ХОЛОДИЛЬНОЇ ТЕХНІКИ ”

для студентів спеціальності 8.090220 “Обладнання хімічних
виробництв і підприємств будівельних матеріалів”

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ”

ДОСЛІДЖЕННЯ
УЛЬТРАФІЛЬТРАЦІЙНОГО МЕМБРАННОГО
РОЗДІЛЕННЯ РОЗЧИНІВ В УСТАНОВЦІ
ТУПИКОВОГО ТИПУ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ПРОВЕДЕННЯ НДРС З ДИСЦИПЛІНИ
“УСТАТКУВАННЯ МЕМБРАННОЇ ТА ХОЛОДИЛЬНОЇ ТЕХНІКИ”

для студентів спеціальності 8.090220 “Обладнання хімічних
виробництв і підприємств будівельних матеріалів”

Затверджено на засіданні кафедри
машин та апаратів хімічних і
нафтопереробних виробництв.
Протокол № 4 від 15.10.2008 р.

Київ НТУУ “КПІ” 2008

Дослідження ультрафільтраційного мембранного розділення розчинів в установці тупикового типу: Методичні вказівки до проведення НДРС з дисципліни “Устаткування мембранної та холодильної техніки” для студентів спеціальності 8.090220 “Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів” /Укл. С.В.Сидоренко. –К.: НТУУ “КПІ”, 2008.-14 с.

Укладач

С.В. Сидоренко, канд. техн. наук

Відповідальний редактор

Я.М. Корнієнко, докт. техн. наук, професор

Рецензент:

А.Л.Концевой, канд. техн. наук

ВСТУП

Ультрафільтрація - це процес розділення високомолекулярних і низькомолекулярних з'єднань у рідкій фазі з використанням селективних напівпроникних мембран, що пропускають переважно молекули низькомолекулярних з'єднань.

Рушійною силою є різниця тисків по обидва боки мембрани, яка при ультрафільтрації порівняно невелика і складає 0,3 - 1 МПа, тому для деяких водних розчинів високомолекулярних речовин при розрахунку рушійної сили процесу розділення можна не враховувати осмотичний тиск через його малість.

Ультрафільтрацію використовують для розділення рідких однофазних систем, у яких молекулярна маса розчинених компонентів у багато разів (більше 20) перевищує молекулярну масу розчинника.

Основні напрямки використання ультрафільтрації пов'язані з очищенням розчинів від домішок різної дисперсності, концентруванням і фракціонуванням дисперсій різної природи, попереднім очищенням води перед її подачею на зворотньоосмотичне опріснення й очищення. Якщо природні чи промислові води характеризуються невисоким солевмістом, то метод ультрафільтрації є в ряді випадків достатнім для одержання питної чи технічної води потрібної чистоти. Ще одним важливим напрямком використання ультрафільтрації є одержання ультрачистої води для електронної і фармацевтичної промисловості, приготуванні стерильної рідини в медицині і мікробіології.

З погляду перспективного використання ультрафільтрації варто вказати на розділення багатоконпонентних природних і стічних вод з наступним концентруванням й утилізацією особливо коштовних і дефіцитних продуктів (чи отруйних речовин, екологічно небезпечних речовин і інше). Найважливішою перспективною сферою використання ультрафільтрації є біотехнологія, технології органічних та неорганічних виробництв.

Основними характеристиками ультрафільтраційного розділення розчинів є питома продуктивність і коефіцієнт затримання.

1. МЕТА ТА ОСНОВНІ ЗАВДАННЯ ДОСЛІДЖЕННЯ

Метою роботи є експериментальне вивчення впливу різних факторів на основні характеристики напівпроникних мембран в ультрафільтраційній установці тупикового типу.

Основні завдання дослідження:

- 1.1. Визначити питому продуктивність (I_0) по воді при різних тисках (Δp).
- 1.2. Побудувати тарувальний графік: показання (А) фотоелектрокалориметра (ФЕКа) - масова концентрація розчину (X).
- 1.3. Визначити питому продуктивність (I_v) і коефіцієнт затримки (R) при перемінних тисках, концентрації вихідного розчину (X_{ln}).

1.4. Визначити константу проникнення (L_p) при змінному тиску.

1.5. Побудувати в декартових координатах графічні залежності:

$$I_0=f_0(\Delta p), R=g_1(\Delta p), L_p=\varphi(\Delta p), I_v=f_1(\Delta p), R=g_2(X_{lcp}), I_v=f_2(X_{lcp}).$$

2. ОПИС УСТАНОВКИ

Схема установки для розділення розчинів за допомогою ультрафільтраційних ацетатцелюльозних мембран - УАМ (див. додаток 1), що використовуються у мембранному фільтрі ФМ-02-200 (внутрішній об'єм=200см³, діаметр мембрани, що розміщується у фільтрі - 64 мм, максимальний робочий тиск - 0,4 МПа), показана на рис.1. Під тиском газ з балона 1 через газовий редуктор 2 подається в розподільник газу 3, до одного з вихідних отворів якого за допомогою гнучкої поліетиленової трубки приєднаний мембранний фільтр 4. Цей фільтр (рис. 2) складається з прозорого циліндра 6 (з мірною шкалою), днища 1 і кришки 10 із запобіжним клапаном 11, що скріплюються шпильками 12 та гайками 13. Ущільнення клапана в кришці та днищі здійснюється кільцями 4 і 9. У кришку угвинчується і фіксується на необхідній висоті контргайкою 8 шток 7 приводу магнітного перемішувача 5. Сам перемішувач 6 (рис. 1) знаходиться під фільтром. Мембрана 3 укладається на пористу підкладку (дренажний матеріал) 2. Кільця 4 і 9 забезпечують герметичність фільтра при ручному затягуванні чотирьох гайок, що нагвинчуються на шпильки. Отвір на кришці при зняттю клапані 11 послуговує для заливки розчину, вихідний штуцер 14 - для зливу фільтрату (чи виміру його витрати вимірником та секундоміром). Всі елементи фільтра, що контактують з розчином, виконані з некородуючих матеріалів і добре стерилізуються. Кришка і підставка виготовлені з капролона, підкладка - з пористого второпласта, кільця - з інертної силіконової гуми, прозорий циліндр - з полікарбонату, а магнітно-перемішувачий пристрій - з поліаміду. З метою виміру тиску з високою точністю до розподільника газу приєднаний зразковий манометр 7 (рис.1). Для виміру концентрації розчину використовуються лабораторні аналітичні терези ВЛА - 200 (ваговим методом визначається початкова концентрація розчину), а також фотоелектричний калориметр, що визначає як концентрацію вихідного розчину так і перміату (фільтрату).

3. ТЕХНИКА БЕЗПЕКИ

1. Перед початком роботи навчальний майстер повинен перевірити справність редуктора на балоні з газом, тиск якого може досягати 15 МПа, та наявність газу в балоні.
2. Закриття і відкриття лінії високого тиску повинне здійснюватися спеціальним ключем під контролем викладача або навчального майстра.
3. Тиск газу, подаваний у розподільник газу не повинен перевищувати 0,4 МПа.
4. Перед початком роботи необхідно перевірити наявність усіх необхідних хомутів на всіх шлангах, де тиск більше атмосферного.
5. Забороняється самостійно (без інструктажа) користуватися терезами ВЛА - 200

- і фотоелектричним калориметром.
6. Перед включенням терезів за допомогою зовнішнього огляду перевірити справність електрообладнання терезів.
 7. Під час проведення роботи слід дотримуватися правил роботи з хімічними реактивами.

4. ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ОСНОВНІ ВИМІРИ

1. Зважити на аналітичних терезах $0,0020 \div 0,0030$ г барвника "малахіт зелений", що має молекулярну масу 353 г/моль.
2. Приготувати розчин, взявши 1 л попередньо дегазованої (що відстоялася на протязі 48 годин) водопроводної води та приготовлену в п.1 наважку барвника.
3. Для побудови тарувального графіка, згідно додатку 2, знайти показання ФЕКа – А, що відповідають відомій масовій концентрації розчину Х(п.2). Знайдені значення А та Х будуть вихідними координатами точки, яку треба з'єднати з початком координат. Нанести на графік А – Х координатну сітку.
4. Приготувати 2(або 3) менш концентрованих розчини, використовуючи базовий розчин (п.2), добавляючи до нього воду. За допомогою ФЕКа визначити відповідні значення коефіцієнта А і нанести їх на графік. Таким чином буде перевірена лінійність тарувального графіка.
5. Приготувати (вирізати) 12 мембран діаметром 64 мм.
6. Перед укладанням мембран в апарат кожну з них змочити в розчині етилового спирту ($20 \div 30\%$) на протязі 2-3 хв.
7. Зібрати мембранний апарат згідно рис.2 без запобіжного клапана 11. Звернути увагу на розташування активного шару мембран. Він повинен бути звернений до розчину, а не до підкладки. Через отвір в кришці залити рідину в апарат і закрутити вручну клапан 11. Ключем відкрити балон і відкрити, повернувши рукоятку, газовий редуктор 2 для проходу газу з балону в мембранний апарат. Контроль тиску здійснювати за допомогою манометра 7.
8. Згідно завдань досліджень (розділ 2) проводиться 2 серії дослідів. В першій серії змінюється тиск від 0,05 МПа до 0,4 МПа (5 дослідів) при сталій початковій концентрації розчину X_1 . В кожному досліді перед заливкою розчину проводиться дослід з водою. Як для розчину так і для води об'єм рідини є сталим і становить ($100 \div 200$ мл).
9. В другій серії при сталому тиску (0,03 МПа) змінюється початкова концентрація розчину. До розчину з максимальною концентрацією добавляється вода, що зменшує його концентрацію (5 розчинів). Концентрація кожного розчину визначається за допомогою ФЕКа та тарувального графіка. Досліди на воді в другій серії не проводяться.
10. Таким чином буде проведено 14 дослідів з використанням 9 мембран.
11. Як початкові масові концентрації X_1 в кожному досліді так і кінцеві X_2 визначаються за допомогою ФЕКа і тарувального графіка та заносяться в таблицю № 5.1.
12. Крім того під час дослідів в таблицю № 5.1 заносяться значення тиску Р, маса вихідної рідини ΔG (як правило, сталі значення для всіх дослідів) і час

досліді $\Delta\tau$.

5. ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРІВ

По даним дослідів, занесених в табл.1 (п.п.2÷9), виконуються розрахунки, результати яких теж заносяться в таблицю (п.п.10÷13).

1. Визначається робоча площа мембрани, m^2 :

$$F = \pi d^2 / 4, \quad (5.1)$$

де $d = 56.8 \cdot 10^{-3}$ м - діаметр робочої поверхні мембрани.

2. Питома продуктивність, $[m^3 / (m^2 \cdot c)]$:

- по воді:

$$I_0 = V_0 / F, \quad (5.2)$$

Тут V_0 (m^3 / c)- секундна витрата води, що пройшла через мембрану

$$V_0 = \Delta G / (\Delta\tau \cdot \rho), \quad (5.3)$$

для розчину аналогічно:

$$I_v = V / F, \quad (5.4)$$

Тут секундна витрата фільтрату V (m^3 / c):

$$V = \Delta G / (\Delta\tau \cdot \rho), \quad (5.5)$$

де ΔG - маса води або фільтрату, кг;

$\Delta\tau$ - час, за який отримано ΔG , с;

ρ - густина рідини, kg / m^3 .

3. Константа проникненості, $[m^3 / m^2 \cdot c \cdot MPa]$:

$$L_p = I_v / \Delta p, \quad (5.6)$$

де Δp – перепад тиску, МПа.

4. Коефіцієнт затримання:

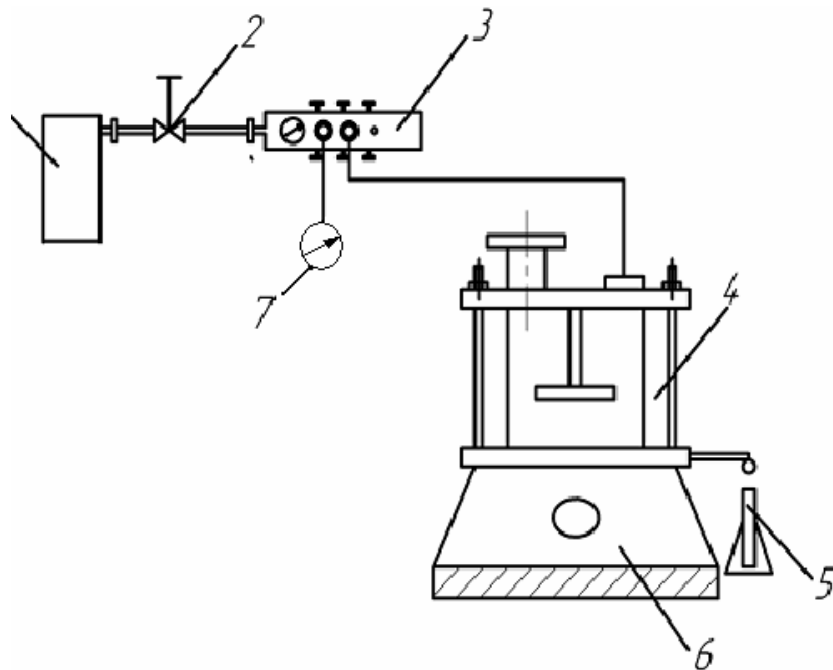
$$R = 1 - X_2 / X_1, \quad (5.7)$$

де $X_1 = (X_{1n} + X_{1k}) / 2$,

X_1, X_2 - масові концентрації розчину та фільтрату відповідно, г/г.

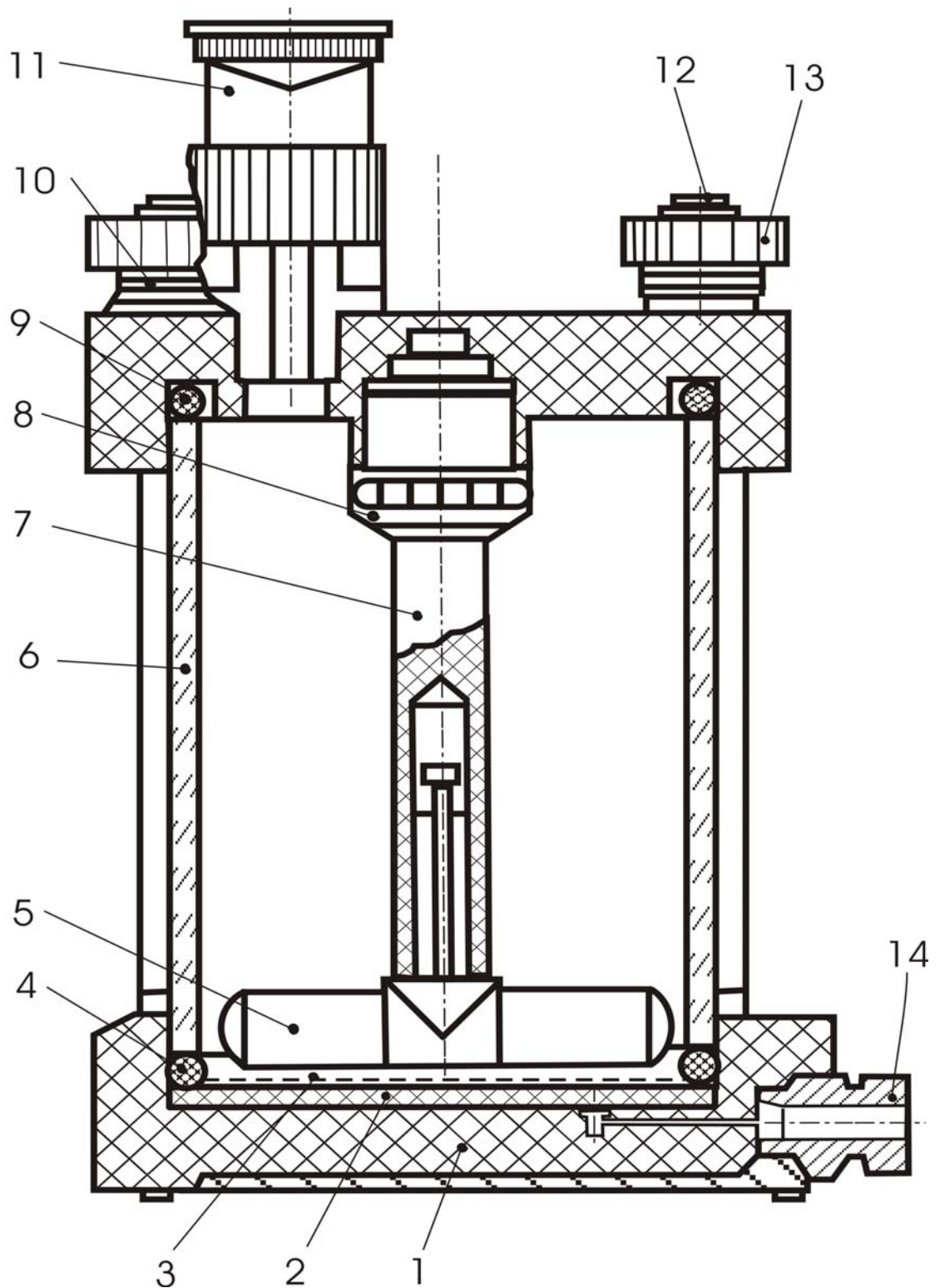
Таблиця № 5.1 Експериментальні дані та результати їх обробки

№ п/ч	Значення величин, що вимірюються								Результати розрахунків			
	Р, МПа	ΔG , кг	Δt , с	Концентрація X, %					I_0 , м ³ /м ² ·с	I_V , м ³ /м ² ·с	R, %	I_p , м ³ /м ² ·с·МПа
				Розчин X ₁			Фільтрат X ₂					
				Розрахункова	Піділки ФСКа, А	Масова концентрація	Піділки ФСКа, А	Масова концентрація				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1												
2												
3												
4												
5												
.....												
n												



1 - балон зі стиснутим газом, 2 - газовий редуктор, 3 – розподільник газу, 4 - фільтр мембранний, 5 - вимірник витрати, 6 - магнітна мішалка з регулятором частоти обертання, 7 - манометр для точного визначення тиску в апараті.

Рис.5.1 Схема лабораторної мембранної установки



1 - днище, 2 - пориста підкладка (дренажний матеріал), 3 - мембрана,
 4, 9 - кільце для герметизації, 5 - магнітна мішалка, 6 прозорий циліндр,
 7 - шток, 8 - контргайка, 10 - кришка, 11 – запобіжний клапан, 12 - шпилька,
 13 - гайка, 14 - вихідний штуцер.

Рис.5.2 Лабораторний мембранний апарат

6. АНАЛІЗ ОДЕРЖАНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ І ОСНОВНІ ВИСНОВКИ

- 6.1. Порівняти дослідні(табл.5.1) і табличні(табл.А.1) дані по продуктивності для дистильованої води.
- 6.2. Пояснити характер кривих для всіх графічних залежностей(2.5).
- 6.3. Пояснити причини розкиду дослідних даних.

7. КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДО РОБІТ

- 7.1. Область застосування ультрафільтрації.
- 7.2. Характеристики ультрафільтраційних мембран.
- 7.3. Інтервали тиску, що використовуються для ультрафільтрації.
- 7.4. Яка мета цієї роботи?
- 7.5. Дати визначення термінам „проникненість” і „селективність”.
- 7.6. Чим відрізняється дійсна селективність від селективності, що спостерігається?
- 7.9. Дати визначення терміну „концентраційна поляризація”?
- 7.10. Як концентраційна поляризація впливає на G ?
- 7.11. Як концентраційна поляризація впливає на φ ?
- 7.12. Перерахувати методи зменшення впливу на процес мембранного розділення.
- 7.13. З якою метою застосовується перемішувач в даній роботі?

Додаток А

Таблиця А.1 - Характеристики ультрафільтраційних мембран.

Марка та тип мембрани	Полімерний матеріал	Загальна пористість %	Середній діаметр пор, нм	Продуктивність по дистильованій воді при $\Delta\pi=0.15\text{Мпа}$ $I_v \cdot 10^3 \text{ м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$	Коефіцієнт затримання, %	
					По поетіленгліколю з мол.масою $M=4000$	По декстрину з мол.масою $M=1.1 \text{ млн.}$
УАМ-50	Ацетат целюлоза	7.5±3	до 5.0	1.2 - 2.4	-	-
УАМ-100	Ацетат целюлоза	7.5±3	7.5±2.5	2.0 - 9.6	100	100
УАМ-150	Ацетат целюлоза	7.5±3	12.5±2.5	9.6 – 28.8	65	100
УАМ-200	Ацетат целюлоза	7.5±3	17.5±2.5	21.0 – 57.0	50	95
УАМ-300	Ацетат целюлоза	80±3	25±5.0	38.4 – 102.0	40	-
УАМ-500	Ацетат целюлоза	80±3	30	72.0	9	-
УМП-55П	Полісульфо намід	80±3	50	300	-	-

Додаток Б

Рекомендації при експлуатації фотоелектрокалориметра (ФЕКа).

Для визначення концентрації речовини у воді необхідно в одну кювету залити чисту воду і поставити її у вимірювальний відсік. Потім потрібно в другу кювету помістити досліджуваний розчин і також поставити її у вимірювальний відсік.

Необхідно розмістити кювети таким чином, щоб через кювету з водою проходив промінь світла. Потім за допомогою грубого і точного регулювання домогтися того, щоб стрілка приладу показувала нуль.

Далі, перемістивши кювети, через досліджуваний розчин пропустити промінь. Стрілка на приладі змінить своє положення. Зафіксувавши показання приладу (поділки А), потрібно по тарувальному графіку знайти значення шуканої концентрації.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологий: Учебник для вузов: Ч. 1-2.-М.: Химия, 1992.-612 с.
2. Дытнерский Ю.И. Обратный осмос и ультрафильтрация. –М.: Химия, 1978. – 352 с.
3. Брык М.Т., Цюпак Е.А., Твёрдый А.А. Мембранная технология в промышленности. –К.: Техніка, 1990. –247 с.
4. Фізико-хімічні основи технології очищення стічних вод./ Запольский А.К., Мешкова-Кліменко Н.А., Астрелін І.М.- Київ, Лібра, 2000 – 552 с.