

Wydział Chemii UMCS
Zakład Technologii Chemicznej

Ćwiczenie nr 8

Rozdzielanie zawiesin.
Filtracja.

Lublin

2.1. Rozdzielanie zawiesin. Filtracja

2.1.1. Podstawowe wiadomości o filtracji

Filtracja jest operacją, w której niejednorodna mieszanina cieczy lub gazu i zawieszonych cząstek ciała stałego (surówka filtracyjna) podlega rozdzielaniu przez ośrodek filtrujący przepuszczający płyn, a zatrzymujący cząstki stałe. Cząstki te, osiadając na porowatej przegrodzie (filtrze, sączku), tworzą osad. Przegroda razem z osadem tworzy warstwę filtracyjną, a płyn przepływający przez przegrodę nosi nazwę przesączu lub filtratu.

Przepływ surówki filtracyjnej zachodzi w wyniku oddziaływania pewnej siły napędowej, na przykład siły ciężkości, ciśnienia lub siły odśrodkowej.

Jako przegrody filtracyjne stosuje się luźno usypane warstwy z materiałów ziarnistych, na przykład: żwir, piasek, koks, kamień wapienny, węgiel drzewny, bądź przegrody zwarte jak siatki, tkaniny i płyty ceramiczne. Materiał filtracyjny musi być dostosowany do wielkości ziaren osadu, cech konstrukcyjnych filtru, właściwości chemicznych filtrowanego materiału. Ponadto powinien wykazywać wystarczającą wytrzymałość i trwałość oraz możliwie mały opór własny. Przegroda filtracyjna bardzo często odgrywa zasadniczą rolę tylko w początkowym okresie operacji, potem ważniejsze stają się jakość i grubość osadzonego na niej osadu. Cykl filtracji składa się z następujących etapów: formowanie się osadu na przegrodzie, wstępne podsuszenie osadu, przemywanie, wtórne podsuszenie, usuwanie osadu i oczyszczanie przegrody filtracyjnej.

Najczęściej stosowane filtry można podzielić, ze względu na charakter siły napędowej przepływu przez warstwę filtracyjną, na:

- filtry grawitacyjne – gdzie siłą napędową filtracji jest ciśnienie hydrostatyczne słupa cieczy nad osadem,
- filtry próżniowe – gdzie nad warstwą osadu panuje ciśnienie atmosferyczne, filtrat zaś wpływa do przestrzeni o niższym ciśnieniu,
- filtry ciśnieniowe – gdzie zawiesina wprowadzana jest do filtru pod ciśnieniem wyższym od atmosferycznego.

W zależności od sposobu pracy można wyróżnić filtry pracujące okresowo i w sposób ciągły. Dalsza klasyfikacja bierze pod uwagę rodzaj przegrody filtracyjnej. W tabeli 2.1.1 przedstawiono klasyfikację najczęściej spotykanych w przemyśle filtrów.

Tabela 2.1.1. Zestawienie najczęściej spotykanych w przemyśle filtrów o działaniu ciągłym i okresowym

Filtry o działaniu okresowym	
Filtry próżniowe	Filtry ciśnieniowe
Nucza filtracyjna otwarta Filtry workowe	Filtry piaskowe Nucza filtracyjna zamknięta Prasy filtracyjne Filtry workowe Filtry świecowe
Filtry o działaniu ciągłym	
Filtry bębnowe Filtry tarczowe Filtry karuzelowe Filtry taśmowe	Filtry bębnowe Filtry tarczowe

2.1.2. Filtracja przez warstwy o stałej grubości

Jeżeli filtruje się zawiesiny o małym stężeniu ciała stałego (na przykład proces oczyszczania wody przez filtry piaskowe), wtedy warstwa filtrująca ulega tak nieznacznym zmianom, że grubość jej można przyjąć za stałą. Szybkość filtracji (dla laminarnych przepływów cieczy) określa wtedy ogólne równanie:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{d_z^2}{200 \cdot \phi^2} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \cdot \frac{\Delta P \cdot F}{\eta \cdot L} \quad (2.1.1)$$

gdzie:

- V – objętość przesączu otrzymanego w czasie τ ,
- ε – porowatość przegrody filtracyjnej (materiał z osadem),
- ΔP – różnica ciśnień po obu stronach przegrody filtracyjnej,
- F – powierzchnia filtrująca (poprzeczny przekrój filtru),
- ϕ – współczynnik kształtu ziaren (równy stosunkowi powierzchni ziarna do powierzchni kuli o tej samej objętości),
- η – lepkość cieczy filtrującej,
- L – grubość warstwy filtrującej,
- d_z – średnica zastępcza ziaren, którą można obliczyć addytywnie ze średnic frakcji otrzymanych w wyniku analizy sitowej:

$$d_z = d_1x_1 + d_2x_2 + d_3x_3 + \dots$$

gdzie: x_1, x_2, x_3 – ułamki wagowe tych frakcji.

Z równania (2.1.1) wynika, że dla danego osadu i rodzaju przegrody filtracyjnej szybkość filtracji jest proporcjonalna do różnicy ciśnień na filtrze ΔP , do powierzchni filtrującej F oraz odwrotnie proporcjonalna do grubości warstwy filtrującej L i do lepkości cieczy η .

Wielkość zawierającą parametry określające tylko właściwości osadu i cieczy nazywamy oporem właściwym filtracji.

$$r = \frac{200 \cdot \phi^2 \cdot (1-\varepsilon)^2 \cdot \eta}{d^2 \cdot \varepsilon^3} \quad (2.1.2)$$

Opór ten można obliczyć, jeśli znane są parametry ε , ϕ , η i d lub określić go doświadczalnie.

Opierając się na powyższym, możemy całkowity opór filtracji (R) zdefiniować następująco:

$$R = r \cdot \frac{L}{F} \quad (2.1.3)$$

Po uwzględnieniu równania (2.1.3) w równaniu (2.1.1) otrzymujemy następującą zależność dla wyrażenia szybkości filtracji:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{\Delta P}{R} \quad (2.1.4)$$

W przypadku sączenia przez warstwy o stałej grubości (na przykład filtr piaskowy) L i R zachowują stałą wartość.

2.1.3. Filtracja przez warstwy o zmiennej grubości

W przypadku gdy zawiesina zawiera większe ilości ciała stałego, grubość osadu zmienia się w czasie filtracji. Szybkość filtracji określa wówczas równanie:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{F \cdot \Delta P}{\eta \cdot \left(r_1 + \alpha \cdot \varpi \cdot \frac{V}{F} \right)} \quad (2.1.5)$$

gdzie:

- r_1 – współczynnik oporu przegrody filtracyjnej (opór właściwy),
- α – współczynnik oporu filtracji przez osad zależny od różnicy ciśnień cieczy filtrowanej na górnej i dolnej powierzchni warstwy osadu oraz od jego właściwości fizycznych (ściśliwości osadu),
- ϖ – ciężar ciała stałego w osadzie przypadający na jednostkę objętości przesączu, który definiuje się jako:

$$\varpi = \frac{c \cdot \gamma}{1 - m \cdot c} \quad (2.1.6)$$

gdzie:

- c – udział wagowy ciała stałego w cieczy filtrowanej,
- γ – ciężar właściwy przesączu,
- m – stosunek ciężarów osadu wilgotnego i suchego.

Współczynnik oporu filtracji w przypadku niezbyt cienkich warstw osadu może być określony równaniem:

$$\alpha = a \cdot \Delta P^s \quad (2.1.7)$$

gdzie:

- a i s – stała dla danego osadu,
- s – miara ściśliwości osadu.

Dla osadu nieściśliwego $s = 0$ (porowatość osadu nie zależy od ciśnienia), dla ściśliwego $0 < s < 1$, przy czym porowatość warstwy osadu rośnie w miarę wzrostu odległości od podstawy warstwy osadu lub inaczej, w miarę odległości od powierzchni przegrody filtrującej.

Jeśli opór przegrody jest niewielki w porównaniu z oporem osadu, a więc $r_1 \approx 0$, wówczas przybliżone równanie na szybkość filtracji ma postać:

$$\frac{dV}{F \cdot d\tau} = \frac{\Delta P^{1-s}}{\eta \cdot a \cdot \varpi \cdot \left(\frac{V}{F} \right)} \quad (2.1.8)$$

Uproszczenie powyższe ($r_1 \approx 0$) jest oczywiście niedopuszczalne dla początkowych momentów filtracji, gdy warstwa osadu ma jeszcze nieznaczną grubość.

Dla osadu nieściśliwego (gdy $s = 0$) szybkość sączenia będzie proporcjonalna do ciśnienia filtracyjnego ΔP . Natomiast dla osadów bardzo ściśliwych ($s \approx 1$) wykładnik przy ΔP będzie równy zero, a więc szybkość filtracji będzie wtedy (w przybliżeniu) niezależna od stosowanego ciśnienia.

Aparatami, w których zachodzi ten typ filtracji, są na przykład prasy filtracyjne, cedzidła mechaniczne, filtry obrotowe.

2.1.4. Filtracja pod stałym ciśnieniem

W praktyce często jest wykorzystywana filtracja pod stałym ciśnieniem. Wtedy, spełniając warunek $\Delta P = \text{const.}$, otrzymujemy wartość parametru a z równania (2.1.7), a korzystając z równania (2.1.5) otrzymujemy zależność między objętością przesączu V oraz czasem τ dla filtracji pod stałym ciśnieniem, słuszną dla osadów nieściśliwych.

$$\frac{\tau}{F} = \frac{\alpha \cdot \varpi \cdot \eta}{2 \cdot \Delta p} \cdot \left(\frac{V}{F} \right) + \frac{\eta \cdot r_1}{\Delta p} \quad (2.1.9)$$

Korzystając z powyższego równania, możemy określić wartości współczynnika oporu α dla osadu oraz dla tkaniny r_1 . Natomiast dla osadów ściśliwych, jeśli filtrację będziemy prowadzić pod różnymi ciśnieniami, otrzymamy kilka wartości α . Pozwoli to na określenie dla danego osadu, korzystając z równania (2.1.7), współczynników a i s .

Równanie (2.1.9) możemy wtedy zapisać w postaci następującej:

$$\frac{\tau}{\frac{V}{F}} = \frac{\alpha \cdot \varpi \cdot \eta}{2 \cdot \Delta P^{1-s}} \cdot \left(\frac{V}{F} \right) + \frac{\eta \cdot r_1}{\Delta P} \quad (2.1.10)$$

Znajomość wartości s , α i r_1 ma znaczenie praktyczne, gdyż pozwala na przewidywanie przebiegu filtracji (zależności między objętością przesączu i czasem) przy innych wartościach ciśnienia, powierzchniach filtracyjnych oraz temperaturach cieczy filtrowanej.

Do konkretnego aparatu filtracyjnego, przy ustalonym ciśnieniu i temperaturze, wartości r_1 , α , η i ΔP są stałe, a więc równanie (2.1.10) można przekształcić, mnożąc stronami przez:

$$V \cdot F \cdot \frac{2 \cdot \Delta P}{\alpha \cdot \varpi \cdot \eta}$$

i zapisać w postaci:

$$V^2 + 2 \cdot \left(\frac{r_1 \cdot F}{\alpha \cdot \varpi} \right) \cdot V = \left(\frac{2 \cdot \Delta P \cdot F^2}{\alpha \cdot \varpi \cdot \eta} \right) \cdot \tau \quad (2.1.11)$$

Jeżeli wyrażenia w nawiasach, mające stałe wartości, oznaczmy jako tak zwane stałe filtracji C i K :

$$C = \frac{r_1 \cdot F}{\alpha \cdot \varpi} \quad (2.1.12)$$

$$K = \frac{2 \cdot \Delta P \cdot F^2}{\alpha \cdot \varpi \cdot \eta} \quad (2.1.13)$$

wówczas przebieg filtracji można przedstawić równaniem:

$$V^2 + 2 \cdot V \cdot C = K \cdot \tau \quad (2.1.14)$$

Jest to równanie Rutha, zawierające 2 stałe C i K (wyznaczane doświadczalnie). Równanie Rutha można też przedstawić w następującej postaci:

$$(V + C)^2 = K \cdot (\tau + \tau_0) \quad (2.1.15)$$

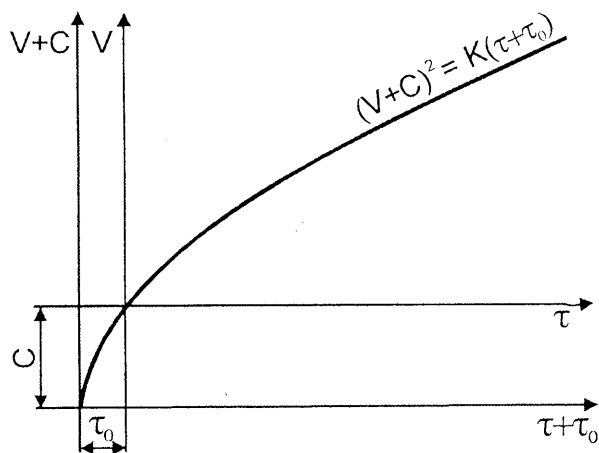
gdzie:

$$\tau_0 = \frac{C^2}{K}$$

Powyższe równanie, drugiego stopnia względem V , wskazuje na paraboliczną zależność objętości przesączu (V) od czasu (τ). Przebieg filtracji w układzie osi współrzędnych ($V+C$, $\tau+\tau_0$) przedstawia parabola mająca wierzchołek w początku układu, co ilustruje rysunek 2.1.1.

Różniczkując równanie Rutha (2.1.15) względem czasu, uzyskujemy równanie wyrażające szybkość filtracji w następującej postaci:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{K}{2 \cdot (V + C)} \quad (2.1.16)$$



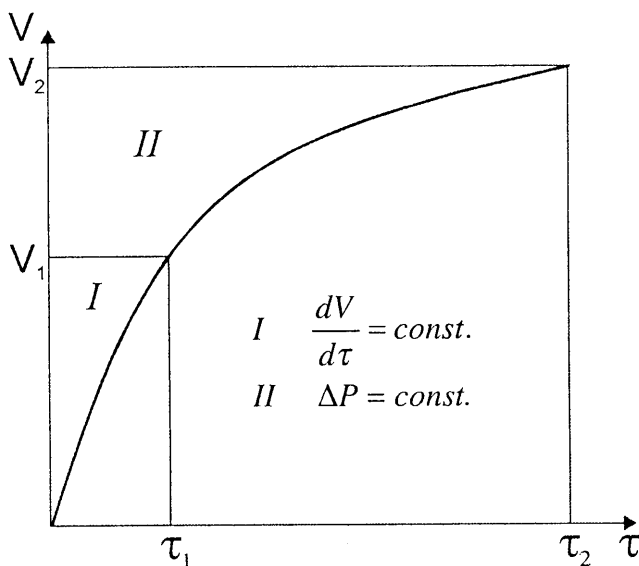
Rysunek 2.1.1. Przebieg filtracji pod stałym ciśnieniem

Różniczkując równanie Rutha (2.1.15) względem czasu, uzyskujemy równanie wyrażające szybkość filtracji w następującej postaci:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{K}{2 \cdot (V + C)} \quad (2.1.16)$$

Paraboliczny przebieg krzywej filtracji (rysunek 2.1.1) wskazuje na dużą szybkość filtracji na początku tej operacji. Nie zawsze jest to korzystne, gdyż na przykład przy zbyt dużych szybkościach znacznie utrudnione jest tworzenie się pierwszej warstwy na przegrodzie filtracyjnej, a osad, przechodząc przez tkaninę, będzie dawał mętny przesącz. Szkodliwy wpływ dużej początkowej szybkości na przebieg filtracji (wzrost oporu właściwego osadu) będzie tym większy, im osad jest bardziej ściśliwy i bardziej niejednorodny. Często więc stosuje się filtrację dwustopniową.

Operację taką rozpoczyna się przy stałej, umiarkowanej szybkości przepływu (I stopień), zwiększając stopniowo ciśnienie do wartości, jaka ma panować w drugim okresie – przy stałym ciśnieniu (rysunek 2.1.2).



Rysunek 2.1.2. Przebieg filtracji dwustopniowej

2.1.5. Opis ćwiczenia

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wprowadzenie w podstawowe zagadnienia związane z filtracją oraz wskazanie, jakie parametry i w jaki sposób wpływają na jej przebieg. Ma to istotne znaczenie, ponieważ często pracochłonność tej jednostkowej operacji limituje możliwość wprowadzenia nowej technologii.

Równocześnie ćwiczenie ma na celu praktyczne zapoznanie studentów z metodyką stosowaną przy badaniu przebiegu filtracji, ze sposobem określenia jej szybkości oraz z możliwością przeprowadzenia pewnych przewidywań dotyczących przebiegu filtracji.

Zadania

1. Zbadać przebieg filtracji zawiesiny $\text{Fe}(\text{OH})_3$ przy trzech stałych, lecz różniących się ciśnieniach. Zawiesinę $\text{Fe}(\text{OH})_3$ sporządzić przez wytrącenie jej wodą amoniakalną z roztworu $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.
2. Wyznaczyć doświadczalnie zależność objętości przesączu od czasu filtracji dla użytej przegrody filtracyjnej.
3. Określić, na drodze graficznego różniczkowania krzywej otrzymanej w punkcie 2, szybkość filtracji na użytej przegrodzie.
4. Wyznaczyć, na podstawie różniczkowej postaci równania Rutha, stałe filtracji K i C .
5. Przewidzieć objętość przesączu i szybkość filtracji po czasie dwukrotnie dłuższym od czasu przeprowadzonego pomiaru.

Prowadzący ćwiczenia podaje skład zawiesiny zgodnie z tabelą 2.1.2 oraz ciśnienia filtracji na podstawie tabeli 2.1.3.

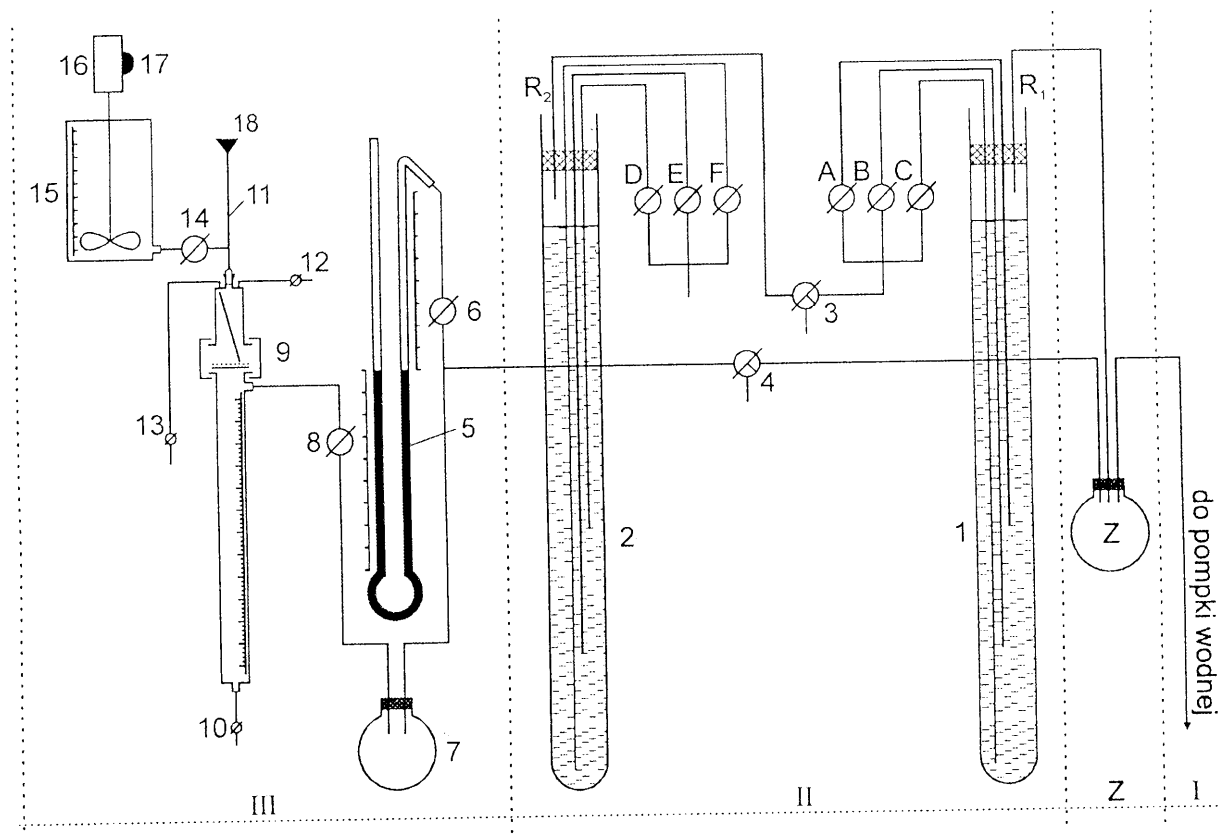
Aparatura

Aparatura do wyznaczania szybkości filtracji pod stałym ciśnieniem, przedstawiona na rysunku 2.1.3, umożliwia prowadzenie pomiarów pod różnymi ciśnieniami. Filtrację w tym zestawie prowadzi się w ten sposób, że powierzchnia zawiesiny w zbiorniku otwartym poddana jest działaniu ciśnienia atmosferycznego, natomiast pod przegrodą filtracyjną wytwarza się zmniejszone ciśnienie. Ciśnienie, pod jakim prowadzona jest filtracja, uwarunkowane jest więc wielkością podciśnienia pod przegrodą filtracyjną i ciśnieniem hydrostatycznym wywieranym przez słup cieczy na przegrodę. Przez podciśnienie rozumie się różnicę ciśnień między atmosferycznym a panującym wewnątrz układu filtracyjnego.

W omawianym zestawie wyróżnić można zbiornik wyrównawczy Z , w którym panuje stałe, obniżone do żądanej wartości podciśnienie oraz połączone z nim trzy układy:

- układ wytwarzający próżnię (I) w zbiorniku wyrównawczym Z ,
- układ zapowietrzający zbiornik wyrównawczy do żądanego ciśnienia (II),
- układ pomiarowy do filtracji (III).

Po włączeniu **układu wytwarzającego próżnię**, w tym przypadku pompki wodnej, nie zaznaczonej na rysunku 2.1.3, następuje odsysanie, nie zawsze równomierne, powietrza ze zbiornika wyrównawczego (Z). Ciśnienie w tym zbiorniku obniża się aż do uzyskania pewnej wartości, zdeterminowanej otwarciem odpowiednich kranów w układzie zapowietrzającym. Wówczas zaczyna pracować układ zapowietrzający. Każdemu odessaniu powietrza, poniżej zdeterminowanej wartości ciśnienia, towarzyszy wprowadzenie równoważnej ilości przez układ zapowietrzający. Podciśnienie uzyskane w ten sposób w zbiorniku wyrównawczym przenoszone jest dalej do układu pomiarowego.



Rysunek 2.1.3. Aparatura do wyznaczania szybkości filtracji (1, 2 – cieczowy reduktor ciśnienia; 3, 4 – kran trójdrożny; 5 - manometr rtęciowy; 6, 8, 10, 12, 13, 14 – krany; 7 – zbiornik zamknięty; 9 – filtr; 11 – końcówka odprowadzająca; 15 – zbiornik naporowy na zawieszinę; 16 – mieszadło; 17 – włącznik; 18 – korek; A, B, C, D, E, F – krany; R_1 , R_2 – rurki; Z – zbiornik wyrównawczy)

Układ zapowietrzający jest stosunkowo skomplikowany. W układzie tym zainstalowane są dwa cieczowe reduktory ciśnienia (1) i (2) napełnione wodą i szczelnie zamknięte od góry korkami. Każdy z nich posiada trzy rurki redukcyjne, przechodzące przez korek do różnych głębokości, oraz krótką rurkę odprowadzającą powietrze z przestrzeni nad wodą. Poszczególne rurki redukcyjne połączone są od góry przy pomocy węży z kranami (A), (B), (C) oraz (D), (E), (F) w kolejności wzrastających długości w obu reduktorach. Wymienione krany zmontowane są w dwóch grzebieniach, z których każdy posiada rurkę doprowadzającą powietrze. Krany te pozwalają na włączenie do pracy dowolnej rurki redukcyjnej. Reduktor pierwszy (1) połączony jest bezpośrednio ze zbiornikiem wyrównawczym (Z) poprzez rurkę odprowadzającą (R_1) i może pracować niezależnie od drugiego, czerpiąc powietrze atmosferyczne ze swego grzebienia poprzez trójdrożny kran (3). Reduktor drugi (2) ustawiony jest w połączeniu szeregowym z reduktorem pierwszym poprzez kran (3). Kran ten umożliwia łączenie reduktorów ze sobą i/lub bezpośrednio z atmosferą.

Trójdrożny kran (4) zamontowany jest w przewodzie łączącym zbiornik wyrównawczy z układem filtracji. Kran ten umożliwia bezpośrednio i całkowite zapowietrzenie całej lewej lub prawej części aparatury. W czasie filtracji kolek tego kranu powinien znajdować się w położeniu odcinającym połączenie z atmosferą.

Po filtracji wszystkie drogi kranów (A), (B), (C), (D), (E), (F) i (3) układu zapowietrzającego oraz kran (4) powinny być otwarte (połączone z atmosferą), co zabezpiecza przed przeciągnięciem wody w reduktorach i stanowi stan wyjściowy do uruchomienia aparatury.

Przystępując do **uruchomienia układu zapowietrzającego** należy wcześniej określić, które rurki redukcyjne będą wykorzystane do uzyskania potrzebnego podciśnienia. Załóżmy, że mają to być: najdłuższa rurka pierwszego reduktora i najdłuższa drugiego. Po sprawdzeniu stanu wyjściowego (właściwe otwarcie kranów) należy włączyć pompkę

wodną. W zbiorniku (Z) nie zauważy się spadku ciśnienia, ponieważ powietrze zasysane jest do niego przez otwarty kran (4). Po odcięciu kranem (4) dopływu powietrza do zbiornika wyrównawczego należy obserwować rurki redukcyjne w pierwszym reduktorze. Zmniejszane przez pompkę ciśnienie przenoszone jest ze zbiornika (Z) przewodem do przestrzeni nad powierzchnią wody, co powoduje obniżenie się poziomu wody w rurkach do momentu, gdy zrówna się on z końcem najkrótszej rurki. Wówczas powietrze zaczyna przez nią barbotować, zapowietrzając zbiornik (1) i utrzymując w nim ciśnienie zdeterminowane przez słup wody. Pozostałe dwie rurki pracują jak manometry. Spełniana jest tu zależność:

$$P_a = P_z + P_h$$

gdzie: P_a – ciśnienie atmosferyczne (stałe w czasie) [mmHg],
 P_z – ciśnienie gazu panujące w zbiorniku wyrównawczym [mmHg],
 P_h – ciśnienie wywierane przez słup wody wypartej z rurek [mmHg].

Z tego wynika, że podciśnienie ($P_a - P_z$) panujące w zbiorniku (Z) wynosi:

$$P_a - P_z = P_h$$

Daje się ono określić przez pomiar wysokości słupa wypartej z rurek wody i zmianę na równoważny słup rtęci h_{Hg} (przy czym $h_{Hg} = P_h$). Do tego celu wykorzystuje się zależność:

$$h_{Hg} \cdot d_{Hg} = h_{H_2O} \cdot d_{H_2O}$$

gdzie: $d_{Hg} = 13,5 \text{ g/cm}^3$ – gęstość rtęci,
 $d_{H_2O} = 1,0 \text{ g/cm}^3$ – gęstość wody,

skąd:

$$h_{Hg} = P_h = \frac{h_{H_2O}}{13,5}$$

W celu dalszego obniżenia ciśnienia, zamykając kran (A), wyłącza się najkrótszą rurkę z obiegu. Po chwili spadek ciśnienia w zbiorniku wyrównawczym osiągnie taką wartość, że powietrze zacznie barbotować przez rurkę połączoną z kranem (B). Zamykając z kolei kran (B) uzyskuje się zapowietrzenie zbiornika wyrównawczego przez najdłuższą rurkę połączoną z kranem (C).

W celu włączenia do układu drugiego reduktora, kran (C) przy pracującej rurce w pierwszym reduktorze pozostawić należy otwarty, natomiast kranem (3) odciąć od atmosfery grzebień pierwszego reduktora i połączyć go z rurką odprowadzającą (R_2) drugiego reduktora. Powietrze przechodzi wówczas przez grzebień drugiego reduktora i połączoną z nim kranem (D) najkrótszą rurką zasila reduktor pierwszy. Uzyskany w ten sposób spadek ciśnienia w zbiorniku (Z) odpowiada sumie spadków ciśnienia na rurkach obu reduktorów. Włączenie w obieg następnej rurki sprowadza się, jak poprzednio, do zamknięcia kranem w grzebieniu powietrza do rurki krótszej. Tak też, drugą rurkę włącza się zamykając kran (D), a trzecią – kran (E).

Po zakończeniu filtracji zapowietrzenie układu przeprowadza się stopniowo, otwierając krany powoli, w kolejności przeciwnej niż przy włączeniu. Najpierw otwiera się kran (E), później kran (D), następnie kranem (3) wyłącza się drugi reduktor i łączy obydwie reduktory z atmosferą (kranem (3)). Następnie kolejno otwiera się krany (B) i (A), a całość układu zapowietrza się kranem (4) (połączenie z atmosferą).

Układ pomiarowy do filtracji (III) jest stosunkowo prosty. W skład tego układu wchodzi następujące urządzenia:

- zbiornik naporowy (15) z zawieszoną, ze skalą do odczytywania wysokości słupa zawiesiny nad przegrodą filtracyjną,
- mieszadło (16) utrzymujące zawieszinę w ciągłym ruchu i zapobiegające sedymentacji osadu,

- rozbieralny filtr (9), pozwalający na wymianę przegrody filtracyjnej (bibuły), z rurowym odbieralnikiem posiadającym podziałkę do określenia objętości filtratu,
 - zbiornik zamknięty (7) zabezpieczający aparaturę w przypadku „przerzucenia” filtratu,
 - manometr rtęciowy (5) do pomiaru podciśnienia panującego pod przegrodą.
- Filtr połączony jest od góry szlifem z końcówką odprowadzającą (11) zbiornika naporowego, umożliwiając odłączenie rury filtracyjnej i następnie jej rozkręcenie. Kran (14) w tej końcówce służy do wprowadzenia zawiesiny do filtracji, a korek (18) do odcięcia przestrzeni nad przegrodą filtracyjną od atmosfery. Krany w pokrywie filtra służą:

- (12) do odpowietrzania przestrzeni nad przegrodą przy wprowadzaniu zawiesiny,
- (13) do zlewarowania zawiesiny z przestrzeni nad przegrodą po wykonanym pomiarze.

Rurowy odbieralnik filtratu zaopatrzony jest w kran (10) umożliwiający opróżnienie przestrzeni filtratu pod przegrodą. Podciśnienie potrzebne do filtracji przenoszone jest do tej przestrzeni przez otwarcie kranu (8), a jego wartość odczytywana jest na manometrze po otwarciu kranu (6). Mieszadło włącza się do pracy włącznikiem (17), służącym równocześnie do regulacji obrotów. Dalsze szczegóły potrzebne do obsługi zestawu zamieszczone są w opisie wykonania ćwiczenia.

Wykonanie ćwiczenia

Realizację ćwiczenia należy rozpocząć od rozłączenia filtra z końcówką (11), łączącą go szlifem z naczyniem naporowym. Po osunięciu filtra (9) razem z rurowym odbieralnikiem filtratu w dół i uchwyceniu go w łapach podnosi się z kolei mieszadło i zamocowuje na statywie tak, aby wirnik znajdował się powyżej górnej krawędzi naczynia. Umożliwia to zdjęcie naczynia z półki i ewentualne opróżnienie bądź umycie go. Dalej należy wykonać poniższe czynności.

1. Założyć w filtrze przegrodę filtracyjną. W tym celu rozkręcić filtr, oczyścić go i poszczególne elementy wytrzeć do sucha. Następnie na górnej płaszczyźnie rurowego odbieralnika filtratu umieścić gumową uszczelkę i kolejno dalej sitko usztywniające (wgłębieniem na uszczelkę w dół) i przegrodę filtracyjną, którą wycina się z bibuły do sączenia. Krążek bibuły nie powinien wystawać poza krawędzie sitka usztywniającego, gdyż przyczynia się to do powstania nieszczelności. Z kolei, po zwilżeniu przegrody, ustawia się na niej górną część filtra (zasobnik) i skręca filtr nakrętką, stosując umiarkowany docisk – kręcić nakrętką, unieruchamiając górną część filtra, aby nie uszkodzić przegrody filtracyjnej. Tak przygotowany filtr po opróżnieniu go kranem (10) łączy się przez szlif z końcówką odprowadzającą naczynia naporowego. Przy pustym naczyniu współosiowe połączenie szlifu daje się łatwo uzyskać przez właściwe ustawienie naczynia.
2. Przygotować zawiesinę filtracyjną. Odmierzyć wodę, zgodnie z założonym składem, podanym przez prowadzącego ćwiczenia i zamieszczonym w tabeli 2.1.2, przelać ją do naczynia naporowego, opuścić mieszadło i usytuować jego wirnik w pobliżu dna naczynia. Po uruchomieniu mieszadła i ustawieniu umiarkowanych obrotów zadozować do naczynia najpierw roztwór soli, a następnie odczynnik strącający (w ilościach wskazanych w tabeli 2.1.2). Po 10 minutach „dojrzwania osadu” zawiesina jest gotowa do filtracji. Dla kolejnych pomiarów, przy każdym z wyznaczonych ciśnień filtracji, strącanie nowej porcji osadu przeprowadza się w ten sam sposób, zachowując przed rozpoczęciem filtracji ten sam czas „dojrzwania osadu”.
3. Czekając na „dojrzwanie osadu”, przygotować zestaw do filtracji. W pierwszej kolejności określić rurki redukcyjne w układzie zapowietrzającym, potrzebne do uzyskania poleconego ciśnienia filtracji. Najpierw zmierzyć wysokość słupa zawiesiny nad przegrodą filtracyjną. W tym celu należy zatrzymać na chwilę mieszadło i na skróconej skali zbiornika naporowego odczytać wysokość poziomu zawiesiny h_n , w mm.

Tabela 2.1.2. Przykładowe składy mieszanin do otrzymania zawiesiny

Lp.	Woda [cm ³]	Roztwór soli* [cm ³]	Odczynnik strącający** [cm ³]	Wytrącony osad*** [g]	P_n [mmHg]
1	1000	50	2,2	1,0	17
2	1000	75	3,7	1,5	17
3	1000	100	5,0	2,0	17
4	1500	50	2,5	1,0	20
5	1500	75	3,7	1,5	20
6	1500	100	5,0	2,0	20

* Sól $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, roztwór 90 g/dm³,** Odczynnik strącający NH_4OH , roztwór 25%,*** Osad $\text{Fe}(\text{OH})_3$, P_n Przybliżone ciśnienie hydrostatyczne słupa zawiesiny na przegrodę.

Ze sposobu prowadzenia filtracji wynika, że ciśnienie filtracji P wynosi:

$$P = P_n + P_h$$

gdzie: P_n – ciśnienie hydrostatyczne słupa zawiesiny, $P_n = \frac{h_n}{13,5}$ [mmHg],

P_h – podciśnienie pod przegrodą, $P_h = (P_a - P_z)$ [mmHg].

Mając podane, w zadaniu do wykonania ćwiczenia, ciśnienie filtracji P , z powyższej zależności znajduje się potrzebne podciśnienie P_h .

$$P_h = P - P_n$$

i dalej doboru rurek dokonuje się na podstawie zależności:

$$P_h = P_h^* + P_h^{**} = \frac{h_1 + h_2}{13,5}$$

gdzie: P_h^* i P_h^{**} – spadki ciśnień na rurekach pracujących w reduktorach,

h_1 i h_2 – pracujące długości rurek.

Dane dotyczące parametrów odpowiadających poszczególnym rurkom podane są tabeli 2.1.3.

Tabela 2.1.3 Charakterystyka rurek redukcyjnych w zestawie do filtracji

Symbol kranu włączającego rurkę	Reduktor	Pracująca długość rurki [mm]	Symbol długości	Wywołany spadek ciśnienia [mmHg]	Symbol spadku ciśnienia
A	1	640	h_1	47,4	P_h^*
B	1	1169	h_2	86,6	P_h^*
C	1	1726	h_3	127,9	P_h^*
D	2	423	h_4	31,4	P_h^{**}
E	2	952	h_5	70,6	P_h^{**}
F	2	1504	h_6	118,4	P_h^{**}

UWAGA! Reduktor 2 pracuje tylko w sprzężeniu szeregowym z reduktorem 1.

4. Włączyć układ zapowietrzający i wytworzyć wyznaczonymi rurkami potrzebne podciśnienie w aparaturze. W tym celu po zamknięciu kranów pomiarowej części aparatury

- ((8) – do filtru i (6) – do manometru) i sprawdzeniu stanu wyjściowego układu zapowietrzającego (wszystkie drogi połączone z atmosferą – krany (A), (B), (F) otwarte oraz kołki kranów 3 i 4 w położeniu łączącym aparaturę z atmosferą) włączyć pompkę wodną. Następnie uruchomić układ zapowietrzający, odcinając kranem (4) dopływ powietrza do zbiornika wyrównawczego (Z). Dalej wprowadzić do pracy w pierwszym reduktorze potrzebną rurkę redukcyjną, kolejno zamykając dopływ powietrza do poprzedniej krótszej (krany A, B, C). Następnie (jeśli tego wymaga zadanie) włączyć kranem (3) drugi reduktor i uruchomić potrzebną rurkę (krany D, E, F) jak w reduktorze pierwszym.
5. Sprawdzić wartość uzyskanego podciśnienia z zaplanowanym. W tym celu należy przy połączonej pomiarowej części aparatury ze zbiornikiem wyrównawczym (Z) odczytać różnicę ciśnień między atmosferycznym a panującym w układzie bezpośrednio na manometrze po otwarciu kranu (6). Odczytane, w mmHg, podciśnienie nie powinno zasadniczo różnić się od zaplanowanego. W przeciwnym wypadku należy sprawdzić, czy poziom wody w reduktorach nie uległ zmianie i czy pracują właściwe rurki. Mógł też zaistnieć błąd przy doborze rurek.
 6. Sprawdzić szczelność filtru. W tym celu zamknąć wszystkie krany łączące filtr z atmosferą (10, 12 i 13) oraz zakorkować górną rurkę końcówki (11) korkiem (18). Po powolnym przekręceniu kranu (8), który łączy filtr z obniżonym ciśnieniem, odczytuje się wartość podciśnienia na manometrze. Nie powinno się ono różnić od określonego poprzednio w punkcie 5. Mniejsze podciśnienie świadczy o nieszczelności, którą należy usunąć, odcinając wcześniej filtr od obniżonego ciśnienia kranem (8) i zapowietrzając go kranem (10). Najczęściej nieszczelność wynika z niewłaściwego zmontowania filtru lub złego połączenia na szlifie, rzadziej przez nieszczelność kranów. Po usunięciu usterki filtr należy ponownie sprawdzić i pozostawić pod obniżonym ciśnieniem potrzebnym do pomiaru.
 7. Przeprowadzić filtrację zawiesiny, określając objętość filtratu w zależności od czasu $V = f(\tau)$. Pomiar rozpocząć z chwilą upłynięcia czasu dojrzenia osadu. W tym celu wprowadzić zawiesinę do filtru, przez otwarcie kranu (14), równocześnie włączając sekundomierz. Następnie odkorkować górną rurkę końcówki (11) łączącej zbiornik z filtrem i atmosferą (korek (18)) i odpowietrzyć kranem (12) pojemnik filtru, obserwując przy tym podnoszący się w nim poziom. Z chwilą całkowitego wyparcia powietrza kran (12) zamknąć. Usunąć bagietką ewentualne pęcherze powietrza z rurek i końcówki (11) doprowadzającej zawiesinę do filtra. Rozpoczęty pomiar kontynuuje się w ten sposób, że wraz z upływem czasu filtracji określa się wysokość słupa nagromadzonego przesącza, a co za tym idzie, jego objętość. Mnożnik wyrażający powierzchnię przekroju odbieralnika w cm^2 podany jest na filtrze. Odczyty należy przeprowadzić po czasach: 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 12, 15, 20, 25, 30, 35 i 40 minut od chwili rozpoczęcia filtracji. Powinno się je wykonać możliwie dokładnie, korzystając ze skali zamieszczonej na odbieralniku i podać z dokładnością do 0,1 cm. Dane z przebiegu filtracji zamieścić w tabelce według wzoru tabeli 2.1.4. Po skończonym pomiarze kranem (14) zamknąć dopływ zawiesiny do filtru, a kranem (8) odciąć od niego część aparatury, w której panuje obniżone ciśnienie. Następnie zlewarować zawartość pojemnika filtru przez otwarcie kranu (13) po uprzednim podstawieniu pod niego zlewki. W przypadku gdy zawiesina nie chce wypływać (zbyt niski poziom w rurce (11)) na chwilę otwiera się kran (14). Po zlewarowaniu zawiesiny osusza się placek, podłączając do filtru kranem (8) obniżone ciśnienie. Umożliwi to późniejszą rozbiórkę filtru bez rozlewania się zawiesiny. W końcu zapowietrzyć część filtrującą aparatury (III) kranem (4), a w części zapowietrzającej wyłączyć stopniowo z pracy poszczególne rurki redukujące zgodnie z podanymi zaleceniami przy opisie tego układu. Przygotowanie do następnego pomiaru zaczynać należy od rozłączenia filtru z końcówką (11) łączącą go z naczyniem naporowym.

Opracowanie wyników doświadczeń

Opracowanie wyników każdego pomiaru należy przeprowadzić w kolejności podanej w zadaniu, wpisując równocześnie znalezione wartości w tabeli według wzoru tabeli 2.1.4.

Tabela 2.1.4. Wyniki filtracji pod stałym ciśnieniem

Czas filtracji τ [minuty]	Poziom filtratu w odbieralniku H [cm]	Objętość filtratu V [cm ³]	Szybkość filtracji $\frac{dV}{d\tau}$ [cm ³ /min]	$\frac{d\tau}{dV}$ [min/cm ³]
z pomiaru	z pomiaru	$V = S \cdot H$	z różniczkowania graficznego	$\frac{1}{\frac{dV}{d\tau}}$

1. Początkowo dla każdego czasu filtracji należy obliczyć objętość otrzymanego przesączu ze zmierzonej wysokości filtratu w odbieralniku H [cm]:

$$V = H \cdot S \quad [\text{cm}^3]$$

gdzie: S – wielkość powierzchni przegrody filtracyjnej,

a następnie sporządzić wykres znalezionej zależności $V = f(\tau)$ w układzie współrzędnych $V - \tau$ [cm³, min]. W przypadku rozrzutu wyników eksperymentalnych krzywą należy interpolować między punktami.

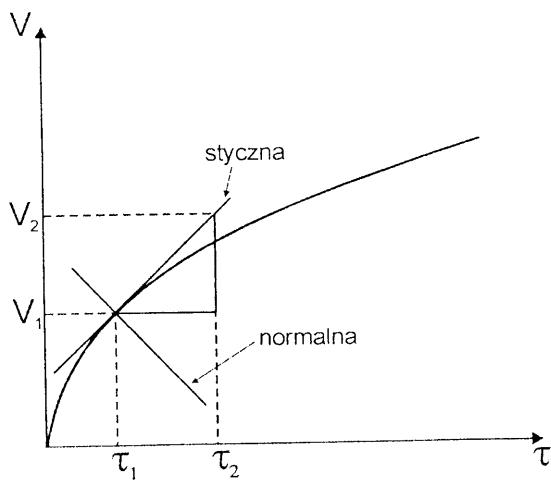
2. Następnie, dla poszczególnych czasów filtracji określić jej szybkość, to jest znaleźć wartość pochodnej $dV/d\tau$ wykreślonej funkcji (sposób postępowania nie zależy od tego, czy wykreślana funkcja spełnia założenia teoretyczne filtracji). Przy jednakowej długości jednostek osi V i τ równoznaczne jest to ze znalezieniem tangensa kąta nachylenia stycznej do krzywej w danym punkcie. W przypadku różnej długości jednostek osi V i τ należy, opierając się na stycznej, zbudować trójkąt prostokątny (przyprostokątne odpowiednio równoległe do osi V i τ), a następnie określić wartość pochodnej w zależności:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{V_2 - V_1}{\tau_2 - \tau_1}$$

gdzie: $V_2 - V_1$ – ilość jednostek osi V przypadająca na wysokość trójkąta [cm³],

$\tau_2 - \tau_1$ – ilość jednostek osi τ przypadająca na podstawę trójkąta [minuty].

W praktyce przeprowadza się to w ten sposób, że najpierw przez rozpatrywany punkt krzywej wykreśla się normalną (rysunek 2.1.4). W tym celu tuż przy punkcie, prostopadle do krzywej, ustawia się lusterko, a następnie obserwując w nim zwierciadlane odbicie części krzywej zmienia się kąt jego ustawienia, aż do zaobserwowania, że krzywa na wykresie i jej zwierciadlane odbicie nie tworzą załamania. W tym położeniu, kreśląc prostą wzdłuż lusterka, wykreśla się normalną. Dalej już otrzymuje się styczną do krzywej, przeprowadzając przez rozpatrywany punkt prostopadłą do normalnej. Z kolei buduje się trójkąt prostokątny, zgodnie z tym co powiedziano wcześniej, wykorzystując część stycznej jako przeciwprostokątną. Wygodnie jest przy tym budować trójkąt w ten sposób, że początkowo bierze się jego podstawę o długości 10 jednostek osi τ w prawo od punktu stycznej, a następnie wysokość do przecięcia ze styczną. Wówczas po znalezieniu $V_2 - V_1$, łatwo wylicza się pochodną:



Rysunek 2.1.4. Metodyka wyznaczenia pochodnej

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{V_2 - V_1}{10} \quad [\text{cm}^3/\text{min}]$$

Znalezione w ten sposób szybkości filtracji liczone są na całą przegrodę filtracyjną, w $\text{cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$.

3. Wyznaczanie stałych szybkości filtracji K i C opiera się na wykorzystaniu różniczkowanego równania Rutha:

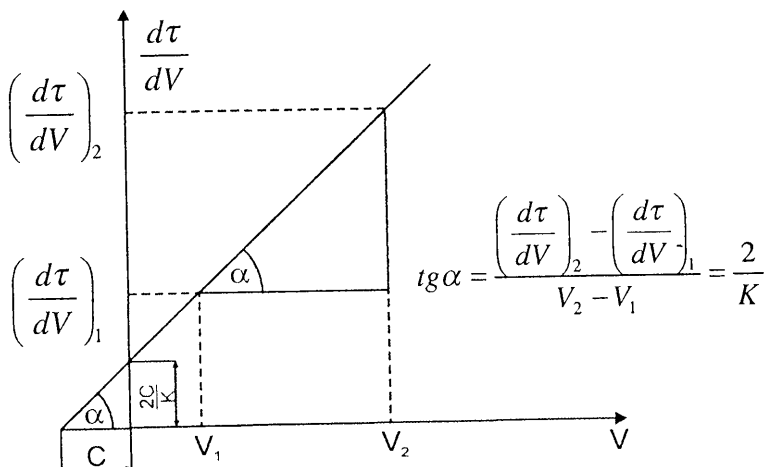
$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{K}{2 \cdot (V + C)}$$

Jak łatwo stwierdzić, odwrotność szybkości filtracji jako funkcji objętości przesącza jest równaniem kierunkowym prostej

$$\frac{d\tau}{dV} = \frac{2 \cdot V}{K} + \frac{2 \cdot C}{K}$$

o współczynniku kątowym równym $2/K$ równym tangensowi kąta nachylenia prostej oraz rzędnej początkowej przy $V = 0$ równej $2 \cdot C/K$.

Z rozpatrzenia zależności trygonometrycznej (rysunek 2.1.5) między $2/K$ i $2 \cdot C/K$ wynika, że C jest równe bezwzględnej wartości odciętej na ujemnym zwrocie osi V w prze-



Rysunek 2.1.5. Sposób wyznaczenia stałych szybkości filtracji K i C

cięciu z wykreśloną prostą. W ten sposób obie stałe K i C są wyznaczalne na drodze graficznej.

Przystępując do wyznaczania stałych szybkości filtracji, należy najpierw wyliczyć dla poszczególnych punktów odwrotność szybkości filtracji:

$$\frac{d\tau}{dV} = \frac{1}{\frac{dV}{d\tau}}$$

następnie sporządzić wykres odwrotności szybkości filtracji od objętości w układzie współrzędnych $d\tau/dV$, V [min/cm³, cm³]. Jeżeli przez otrzymane punkty daje się przeprowadzić prostą, świadczy to, że spełnione są warunki stosowalności równania Rutha i wyznaczone stałe K i C mogą służyć do przewidywań.

4. Przewidywanie objętości przesączu przeprowadza się na podstawie równania Rutha, mając wcześniej wyznaczone stałe K i C , a następnie szybkość filtracji ze zróżniczkowanego równania.

Literatura

1. Molenda J., *Technologia chemiczna*, Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, Warszawa 1997.
2. Kozak D., *Wybrane operacje jednostkowe i aparaty przemysłu chemicznego*, Wydawnictwo Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin 1986.
3. Warych J., *Aparaty i urządzenia przemysłu chemicznego i przetwórczego*, Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, Warszawa 1996.
4. Żużikow W., *Filtracja. Teoria i praktyka rozdzielania zawiesin*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1985.