



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 203643382 U

(45) 授权公告日 2014. 06. 11

(21) 申请号 201320824912. 1

(22) 申请日 2013. 12. 13

(73) 专利权人 中国科学院大连化学物理研究所

地址 116023 辽宁省大连市中山路 457 号

(72) 发明人 陈毅征 焦凤军 陈光文

(74) 专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限公司 21002

代理人 刘阳

(51) Int. Cl.

G01N 25/48 (2006. 01)

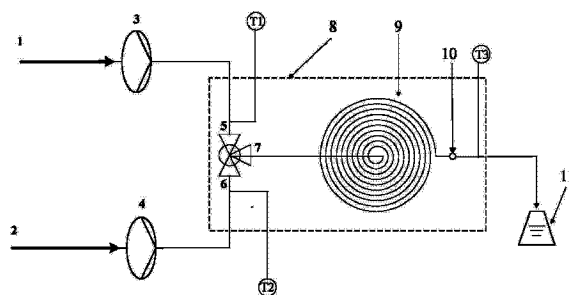
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种放热反应摩尔焓变的测量装置

(57) 摘要

本实用新型提供了一种放热反应摩尔焓变的测量装置,将含有入口 A、B 和出口的三通与相连接的毛细管微反应器用绝热棉紧密包裹,根据流体 A 和流体 B 的浓度,设定泵 A、泵 B 的流量;流体在三通的出口汇集并开始发生混合与反应,反应后的流体从毛细管微反应器出口收集至样品瓶中;记录三通入口 A、B 处流体 A 和流体 B 的物料温度以及毛细管微反应器出口的流体温度;测量反应转化率。根据所测量的两股流体反应前的温度、反应后的温度和反应转化率,以及反应物比热容计算出放热反应的摩尔焓变。优点为测量时间短、过程安全、所测反应焓数据可靠。



1. 一种放热反应摩尔焓变的测量装置,其特征在于:含有入口 A (5)、入口 B (6) 和出口(7)的三通与相连接的毛细管微反应器(9)用保温材料(8)紧密包裹,反应后的流体从毛细管微反应器出口(10)收集至样品瓶(11)中;

流体 A (1)通过泵 A (3)到达三通入口 A (5)前的温度为 T1,流体 B (2)通过泵 B (4)到达三通入口 B (6)前的温度为 T2 以及毛细管微反应器(9)出口(10)处的流体温度 T3。

2. 按照权利要求 1 所述的测量装置,其特征在于:所述的保温材料(8)为绝热棉或玻璃棉;所述的毛细管微反应器(9)的水力直径为 0.1-3mm;

所述的温度 T1、T2、T3 均为热偶与反应前、后流体直接接触测定的温度。

一种放热反应摩尔焓变的测量装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种放热反应摩尔焓变的测量装置。

背景技术

[0002] 放热反应摩尔焓变是化学反应的一个重要参数,目前很多放热反应摩尔焓变的数据都是未知的。对于液-液两相强放热反应的摩尔焓变,目前的测量方法主要是一种反应物滴加到另外一种反应物中,根据换热流体的流量与温度变化等测量参数,来计算出放热反应摩尔焓变。这种方式属于间歇式操作,间接测量,因此实验测量后计算的放热反应摩尔焓变值与实际值相差较大。此外,由于反应放热量大,往往滴加的时间过长,存在一定的危险性,一次实验物料的消耗也比较大。为了获得准确的放热反应摩尔焓变数据,设计一种放热反应摩尔焓变的测量装置,能够连续式进料,能够直接测量反应流体的温度,缩短测量时间、简化操作、提高过程安全、对于放热反应摩尔焓变的测量以及工业生产是具有现实意义的。

发明内容

[0003] 本实用新型的目的是根据能量守恒定律和化学工程传热的基本原理,设计了一种放热反应摩尔焓变的测量装置,为测量未知的放热反应摩尔焓变提供了快速、准确、简单的方法,为液-液两相强放热反应的工业装置设计与工艺包开发提供了重要参数。

[0004] 为了达到上述目的,本实用新型提供了一种放热反应摩尔焓变的测量装置,首先,将含有入口 A、入口 B 和出口的三通与相连接的毛细管微反应器用保温材料紧密包裹,根据流体 A 和流体 B 的反应物浓度,设定泵 A、泵 B 的流量;其次,启动泵 A、泵 B,使流体 A 与流体 B 同步输入至三通的入口 A、入口 B,流体在三通的出口汇集并开始发生混合与反应,在与三通出口连接的毛细管微反应器中继续发生混合和反应,反应后的流体从毛细管微反应器出口收集至样品瓶中;

[0005] 流体 A 通过泵 A 到达三通入口 A 前的温度为 T_1 ,流体 B 通过泵 B 到达三通入口 B 前的温度为 T_2 以及毛细管微反应器出口处的流体温度 T_3 ;测量样品瓶中的样品转化率 X ;根据所测温度、转化率以及反应物的比热容,按热量守恒计算出放热化学反应摩尔焓变 $-\Delta_r H_m = \Delta H/n$ 。

[0006] 所述的保温材料为绝热棉或玻璃棉;所述的毛细管微反应器的水力直径为 0.1-3mm;所述的三通入口 A 的温度 T_1 ,入口 B 的温度 T_2 均为热偶与反应前流体直接接触测定的温度;所述的毛细管微反应器出口的温度 T_3 为热偶与反应后流体直接接触测定的温度。

[0007] 所述的毛细管微反应器的材质为不锈钢,毛细管微反应器的水力直径为 0.1-3mm 的流动通道,毛细管微反应器 9 的外部形状为圆形。

[0008] 本实用新型在反应物比热容已知的条件下,通过直接测量反应体系的温度参数,结合计算的方式可获得放热反应的反应焓,避免间接换热方式法的复杂性。

- [0009] 本实用新型采用上述结构并测量温度参数后,按下列过程获得反应焓。
- [0010] 在恒压、近似绝热条件下,对测量体系(反应物 A 与反应物 B 的化学反应)进行热量衡算:
- [0011] 反应放热量 = 系统焓的增加
- [0012] $n'(-\Delta_r H_m) = \Delta H$
- [0013] 式中,
- [0014] n -单位时间化学反应消耗的摩尔数, mol/min;
- [0015] $\Delta_r H_m$ -放热反应摩尔焓变, kJ/mol;
- [0016] ΔH -系统焓的增加, kJ/min。
- [0017] $n = n_A' X_A$
- [0018] $\Delta H = (n_A C_{p,A} + n_B C_{p,B} + n_S C_{p,S})(T_{out} - T_{in})$
- [0019]
$$T_{in} = \frac{n_A T_{in,A} + n_B T_{in,B} + n_{S,1} T_{in,A} + n_{S,2} T_{in,B}}{n_A + n_B + n_{S,1} + n_{S,2}}$$
- [0020] n_A -1 流体 A 中反应物 A 的输入摩尔流量, mol/min;
- [0021] n_B -2 流体 B 中反应物 B 的输入摩尔流量, mol/min;
- [0022] n_S -1 流体 A 与 2 流体 B 中溶剂的总输入摩尔流量, mol/min;
- [0023] $n_{S,1}$ 、 $n_{S,2}$ -1 流体 A 或 2 流体 B 中溶剂的输入摩尔流量, mol/min
- [0024] X_A -反应物 A 的转化率, %;
- [0025] $C_{p,A}$ -1 流体 A 中反应物 A 的恒压摩尔热容, kJ/(mol · °C);
- [0026] $C_{p,B}$ -2 流体 B 中反应物 B 的恒压摩尔热容, kJ/(mol · °C);
- [0027] $C_{p,S}$ -1 流体 A 或 2 流体 B 中其他物质的恒压摩尔热容, kJ/(mol · °C);
- [0028] T_{out} -反应后的出口温度,即图中 T3, °C;
- [0029] T_{in} -1 流体 A 和 2 流体 B 混合时反应物料的平均温度, °C
- [0030] $T_{in,A}$ -反应前 1 流体 A 的入口温度,即图中的 T1, °C;
- [0031] $T_{in,B}$ -反应前 2 流体 B 的入口温度,即图中的 T2, °C;
- [0032] 本实用新型和现有技术相比本方法的优点是:测量时间短、操作简单、物料消耗少、过程安全、化学反应摩尔焓变数据可靠。

附图说明

- [0033] 图 1、一种放热反应摩尔焓变的测量装置。
- [0034] 其中,1-流体 A;2-流体 B;3-计量泵 A;4-计量泵 B;5-三通流体入口 A;6-三通流体入口 B;7-三通流体出口;8-保温层;9-毛细管微反应器;10-毛细管微反应器流体出口;11-收集瓶;T1-三通的流体 A 入口温度;T2-三通的流体 B 入口温度;T3-毛细管微反应器的流体出口温度。

具体实施方式

- [0035] 以酸碱中和反应为例
- [0036] 首先,将含有三通流体入口 A5,三通流体入口 B 和出口 7 的三通,三通内径为 2mm,以 M8×1 外螺纹连接原料泵出口管线,与该三通相连接的毛细管微反应器 9 用绝热棉 8 紧

密包裹,毛细管微反应器内径为 2mm。硫酸的浓度为 2mol/L,氢氧化钠的浓度 4mol/L,根据硫酸的浓度和氢氧化钠的浓度,设定泵 A3 的硫酸流量为 1.45ml/min、泵 B4 的氢氧化钠流量为 2.85ml/min;启动泵 A3、泵 B4,使硫酸与氢氧化钠溶液同时输送至三通流体入口 A5,三通流体入口 B,流体在三通的出口 7 汇集并开始发生混合与反应,在与三通出口 7 连接的毛细管微反应器 9 中继续发生混合和反应;第三,等系统稳定后,记录三通入口 A 温度为 27.0℃,入口 B 温度 27.6℃以及毛细管微反应器出口 46.6℃;第四,从毛细管微反应器出口 10 的流体至样品瓶 11 中,测量样品瓶 11 中的硫酸转化率 100% (pH 呈碱性)。整个实验过程 1 分钟。根据测量的两股流体反应前的温度、反应后的温度与硫酸转化率。依据能量守恒定律计算出放热化学反应摩尔焓变为 -57.9kJ/mol,文献值为 -57.3kJ/mol,误差为 1.01%。(比热容数据:25℃时, $C_{p,H_2O}=75.26\text{J}/(\text{mol}\cdot^{\circ}\text{C})$, $C_{p,H_2SO_4}=138.43\text{J}/(\text{mol}\cdot^{\circ}\text{C})$, $C_{p,NaOH}=28.24\text{J}/(\text{mol}\cdot^{\circ}\text{C})$)。

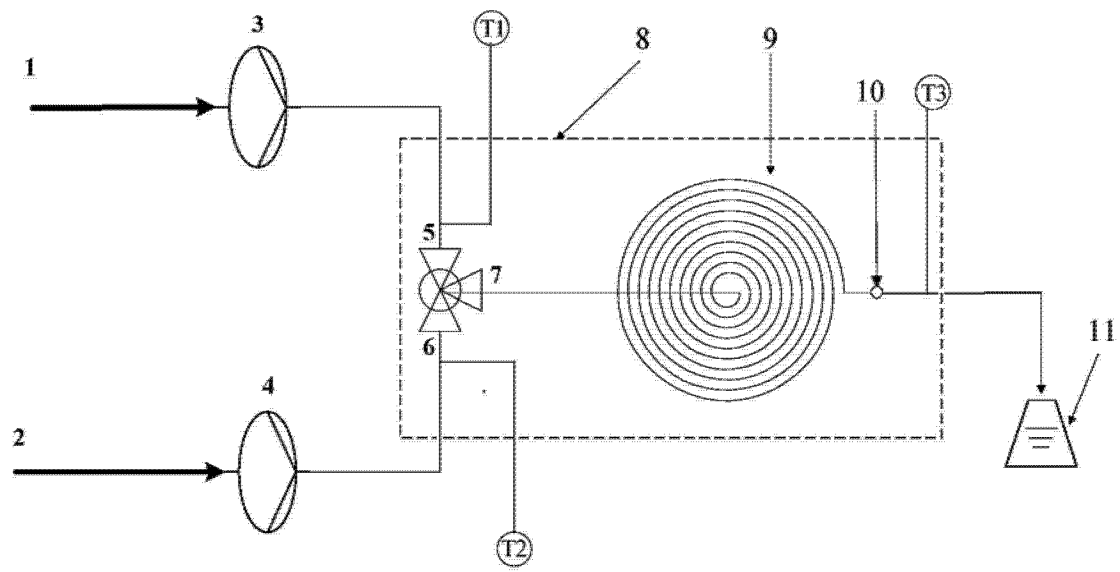


图 1