

ВЛИЯНИЕ ТИПА МЕШАЛКИ НА ГРАНУЛООБРАЗОВАНИЕ НИТРАТОВ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ПРИ ГРАНУЛИРОВАНИИ ЛАКОВЫМ СПОСОБОМ

В.К. Лукашев, д-р техн. наук, ст. научн. сотр.;

Т.Н. Старикова, специалист;

В.И. Онда, аспирант;

И.И. Школьный, студент,

Шосткинский институт Сумского государственного университета,
г. Шостка

Досліджено вплив конструкції мішалки на утворення гранул нітратів целюлози при лаковому способі гранулювання в умовах механічного перемішування. Результати дослідження показали, що характер цього впливу залежить також від умов відгону розчинника. Встановлено, що найбільш стійке диспергування лаку та формування гранул відбувається при переважній дії осевої складової потоку рідинного середовища в змішувачі, який забезпечується пропелерною мішалкою.

Ключові слова: гранулювання, нітрати целюлози, гранули, диспергування, мішалки.

Исследовано влияние конструкции мешалки на образование гранул нитратов целлюлозы при лаковом способе гранулирования в условиях механического перемешивания. Результаты исследования показали, что характер этого влияния зависит также от условий отгонки растворителя. Установлено, что наиболее устойчивое диспергирование лака и формирование гранул происходит при преимущественном действии осевой составляющей потока жидкой среды в смесителе, которое обеспечивается пропеллерной мешалкой.

Ключевые слова: гранулирование, нитраты целлюлозы, гранулы, диспергирование, мешалки.

ВВЕДЕНИЕ

Основными процессами лакового способа гранулирования нитратов целлюлозы являются диспергирование раствора нитрата целлюлозы (лака) в водной среде и отгонка растворителя из получаемой грубодисперсной эмульсии. В результате образуются твердые частицы (гранулы) нитрата целлюлозы, имеющие форму близкую к сферической [1, 2]. Причем процессы диспергирования лака и отгонки растворителя в этом случае взаимосвязаны между собой, т.к. лак диспергируется (дисперсная фаза находится в динамическом равновесии) не только до отгонки растворителя, но и входе отгонки, до начала отверждения капель лака [3].

При диспергировании лака с помощью механического перемешивающего устройства закономерности образования гранул зависят от гидродинамических условий, которые в значительной степени определяются типом мешалки. Это связано с тем, что конструкция мешалки влияет на структуру потока движущейся в смесителе жидкой среды [4].

Основные варианты структуры потока в смесителе обеспечиваются следующими, наиболее распространенными типами мешалок: лопастной, турбинной и пропеллерной. При использовании лопастной мешалки основной составляющей частью потока является тангенциальное (круговое) движение жидкости, турбинной – радиальное, пропеллерной – осевое (вертикальное вдоль оси аппарата) [4]. Наклон лопастей в

турбинной и лопастной мешалках способствует образованию дополнительной осевой составляющей потока.

Цель данного исследования – обосновать выбор типа мешалки, применяемой при гранулировании нитратов целлюлозы лаковым способом. Для этого необходимо установить закономерности формирования гранул в зависимости от структуры потока жидкой среды в смесителе.

МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ ИССЛЕДОВАНИЯ

Экспериментальное исследование влияния структуры потока движущейся в смесителе жидкой среды, а соответственно конструкции мешалки на диспергирование лака и формирование гранул проводили в лабораторных условиях в смесителе объемом 1,2 дм³ со сменными мешалками. Используемые мешалки указанных выше типов имели соотношения геометрических характеристик близкие к стандартным [5]. Значения этих соотношений приведены в таблице.

Конструкции мешалок представлены на рисунке 1.

Таблица 1 - Значения соотношений геометрических характеристик лабораторных мешалок

Тип мешалки	Соотношение геометрических характеристик					
	d_m/D	b/d_m	l/d_m	S/d_m	n	α
Пропеллерная	0,63	-	-	1,0	3	18 ⁰
Лопастная с прямыми лопастями	0,65	0,20	-	-	2	90 ⁰
Лопастная с наклонными лопастями	0,66	0,20	-	-	2	45 ⁰
Турбинная с прямыми лопастями	0,35	0,21	0,25	-	6	90 ⁰
Турбинная с наклонными лопастями	0,35	0,21	0,25	-	6	45 ⁰

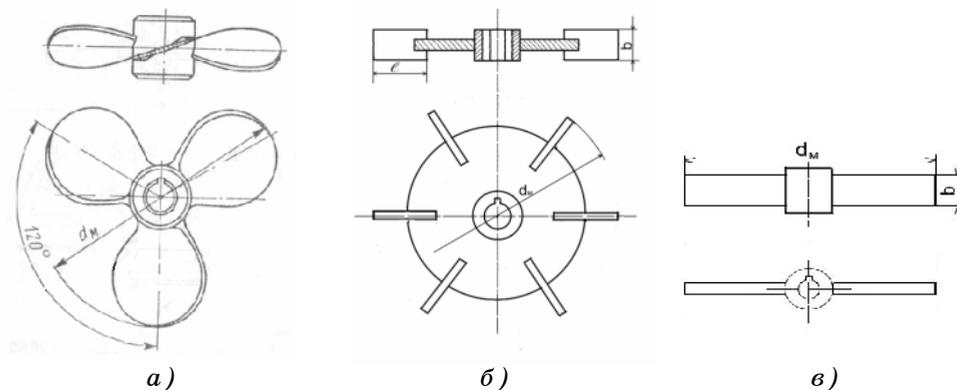


Рисунок 1 – Конструкции модельных мешалок: а) пропеллерная; б) турбинная; в) лопастная

Опыты проводили с лаком на основе нитрата целлюлозы со степенью замещения =2,32 (коллоксилина) с использованием в качестве растворителя этилацетата. В процессе диспергирования лака в водной

среде в нее вводили эмульгатор (мездровый клей) и, для обезвоживания образующихся гранул неорганическую соль (Na_2SO_4). После ввода соли начинали отгонку этилацетата.

Учитывая, что на формирование гранул в значительной степени влияют также условия отгонки растворителя, опыты проводили как при обычной отгонке путем нагрева эмульсии до температуры кипения азеотропной смеси этилацетата с водой ($t_{\text{отг}}=t_{\text{кип}}$), так и в условиях низкотемпературной отгонки при температуре ниже температуры кипения указанной азеотропной смеси ($t_{\text{отг}}<t_{\text{кип}}$). Последний вариант отгонки достигался в результате протока воздуха через свободное пространство смесителя [3]. По завершению отгонки полученные гранулы отделяли от дисперсионной среды, промывали и сушили при температуре 70°C до постоянной массы. Затем проводили ситовой и микроскопический анализ с целью определения размера и формы гранул.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты исследования в виде графика зависимостей среднего эквивалентного диаметра гранул от частоты вращения мешалки для разных типов мешалок и условий отгонки растворителя приведены на рисунке 2. Качественные закономерности изменения размера и формы гранул, соответствующие кривым на рисунке 2, показаны на рисунках 3 и 4 в виде микротографий при увеличении в 50 раз.

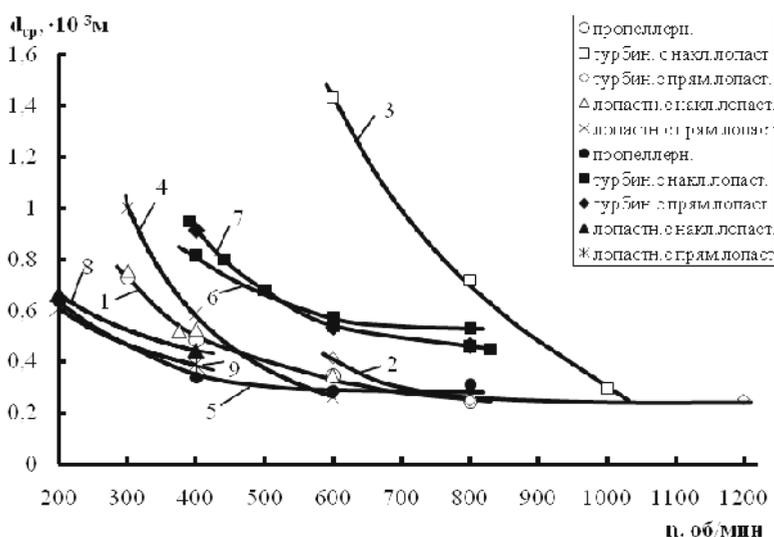


Рисунок 2 - Зависимость среднего эквивалентного диаметра гранул от типа мешалки: при $t_{\text{отг}} = t_{\text{кип}}$ (1 - пропеллерная, 2 - турбинная с прямыми лопастями; 3 - турбинная с наклонными лопастями, 4 - лопастная с прямыми лопастями); при $t_{\text{отг}} < t_{\text{кип}}$ (5 - пропеллерная, 6 - турбинная с наклонными лопастями, 7 - турбинная с прямыми лопастями, 8 - лопастная с наклонными лопастями, 9 - лопастная с прямыми лопастями)

Анализ этих данных показывает, что характер изменения размера и формы гранул зависит от типа мешалки, а соответственно от структуры потока жидкой среды в смесителе, и подтверждает влияние на него способа отгонки растворителя (рис. 2). Так, например, кривые изменения среднего эквивалентного диаметра с увеличением частоты вращения пропеллерной (кривая 1) и турбинной с прямыми лопастями (кривая 2) мешалок при обычной отгонке ($t_{\text{отг}}=t_{\text{кип}}$) располагаются в разных диапазонах их частоты вращения.

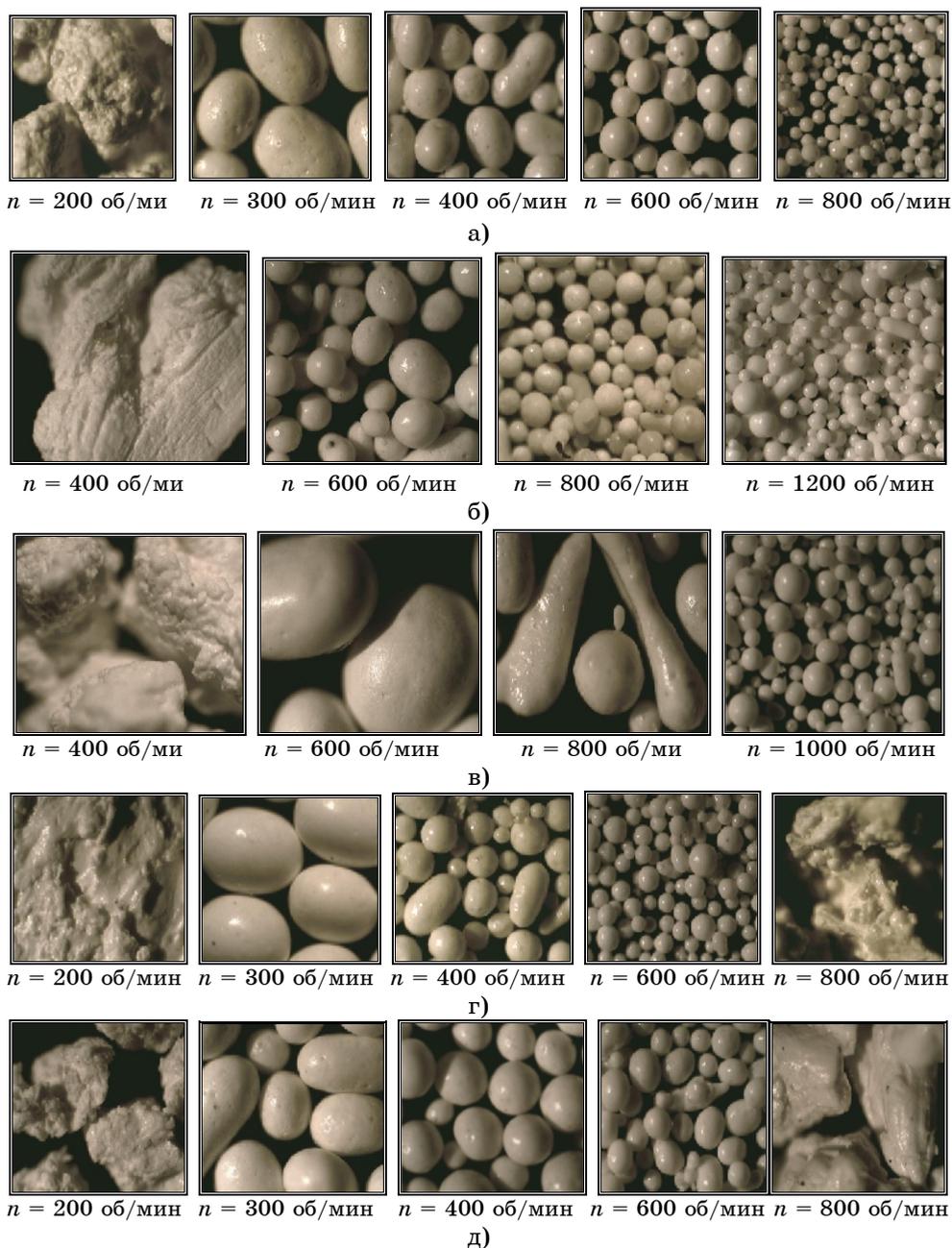


Рисунок 3 – Влияние типа мешалки на форму гранул при обычной отгонке ($t_{омг} = t_{кул}$): а) пропеллерная; б) турбинная с прямыми лопастями; в) турбинная с наклонными лопастями; г) лопастная с прямыми лопастями; д) лопастная с наклонными лопастями

Как следует из микрофотографий гранул, которые соответствуют этим кривым (рис. 3а, 3б), для пропеллерной мешалки при значениях частоты вращения до $n=400$ об/мин характерно образование гранул преимущественно овальной формы. При $n=200$ об/мин процесс диспергирования лака в потоке дисперсионной среды нарушен (образуется бесформенная крошка). Можно предположить, что мешалка, в этом случае выполняет роль механической дробилки (рис. 3 а). Для турбинной

мешалки с прямыми лопастями это явление наблюдается при $n=400$ об/мин и гранулы овальной формы обнаруживаются в значительном количестве при частоте ее вращения $n=600$ об/мин (рис. 3 б). С увеличением частоты вращения обеих мешалок размер гранул уменьшается, и они приобретают в основном сферическую форму. Более однородный состав гранул дает пропеллерная мешалка.

Наклон лопастей турбинной мешалки, который усиливает осевую составляющую потока в смесителе, резко меняет зависимость размера гранул от частоты вращения мешалки (кривая 3 на рис. 2). Указанная кривая располагается в области больших размеров гранул по сравнению с пропеллерной и турбинной с прямыми лопастями мешалками. Для нее характерно более интенсивное уменьшение размера получаемых гранул с увеличением числа оборотов. Причем процесс образования гранул носит неустойчивый характер – сферические гранулы были получены только при частоте вращения $n=1000$ об/мин (рис. 3 в). Причиной такого явления может быть нестабильность результирующего потока при совмещении радиальной и осевой его составляющих.

Несколько иной характер имеет процесс диспергирования лака при совмещении тангенциальной и осевой составляющих потока, которое обеспечивается лопастной мешалкой с наклонными лопастями. Полученная в таких условиях кривая изменения размера гранул от частоты вращения мешалки располагается в той же области, что и кривая, полученная при использовании пропеллерной мешалки. Более того экспериментальные точки, соответствующее лопастной мешалке с наклонными лопастями, практически укладываются на кривую пропеллерной мешалки (кривая 1 на рис. 2). Это свидетельствует о том, что структура потока в данном случае приближается к структуре потока, создаваемого пропеллерной мешалкой. В то же время лопастная мешалка с прямыми лопастями, обеспечивающая преимущественно тангенциальную составляющую часть потока при малых частотах вращения, дает более крупные гранулы по сравнению с пропеллерной и лопастной с наклонными лопастями мешалками. При этом размер гранул резко падает с увеличением частоты вращения мешалки (кривая 4 на рис. 2).

Микрофотографии гранул, полученных при использовании лопастных мешалок с прямыми (рис. 3 г) и наклонными (рис. 3 д) лопастями, показывают, что изменения формы гранул, характеризующие диспергирование лака, для обоих типов лопастных мешалок по своему характеру также приближаются к пропеллерной мешалке (рис. 3 а). Отличие от пропеллерной мешалки заключается в том, что процесс формирования гранул при использовании этих мешалок нарушается не только при очень низкой частоте вращения, но при достаточно высокой, т.е. рабочий диапазон частоты вращения ограничен также верхним значением. Это явление можно объяснить тем, что при такой частоте вращения лопастных мешалок происходит сильный выброс лака на стенки аппарата с последующим его отверждением в виде отложений, содержащих также отдельные гранулы. Такие отложения обнаруживаются после окончания процесса гранулирования. Можно предположить, что выброс лака на стенки аппарата в этих условиях связан с возникновением значительных центробежных сил в потоке жидкой среды при больших числах оборотов мешалки.

При низкотемпературной отгонке растворителя ($t_{отг} < t_{кип}$) диспергирование лака по сравнению с обычной отгонкой, по-видимому, требует меньших затрат энергии, в результате при тех же условиях размер гранул уменьшается. Об этом свидетельствует положение кривых изменения среднего эквивалентного диаметра гранул от частоты вращения мешалок (рис. 2). Эти кривые, за исключением кривой, соответствующей турбинной мешалки с прямыми лопастями, располагаются ниже своих

аналогов, полученных при отгонке, и все они смещаются в область низких значений частоты вращения.

Эти закономерности подтверждают также микрофотографии гранул, полученных при использовании разных типов мешалок в условиях низкотемпературной отгонки (рис 4).

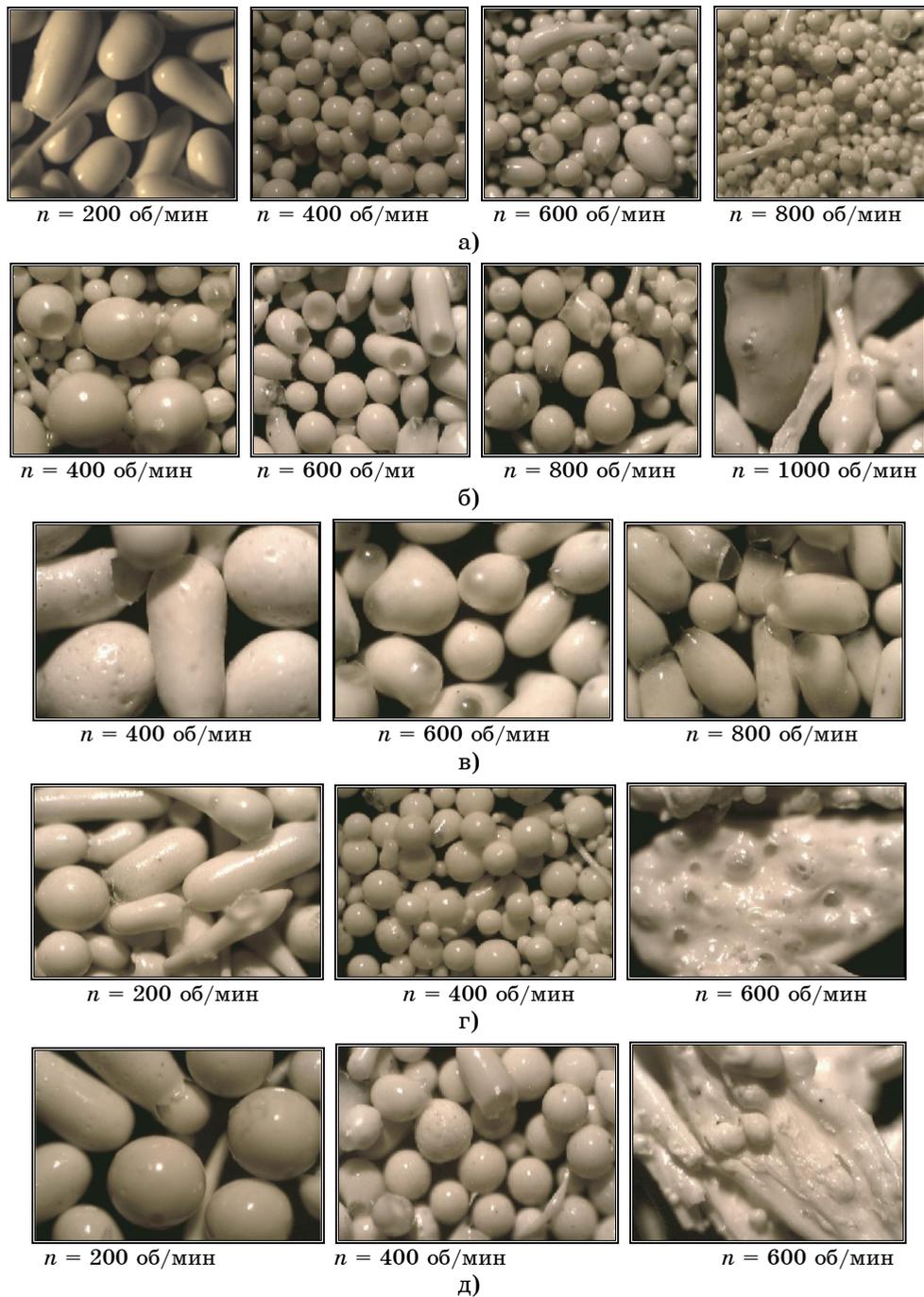


Рисунок 4 – Влияние типа мешалки на форму гранул при низкотемпературной отгонке ($t_{отг} < t_{кун}$): а) пропеллерная; б) турбинная с прямыми лопастями; в) турбинная с наклонными лопастями; г) лопастная с прямыми лопастями; д) лопастная с наклонными лопастями

Их анализ показывает, что для всех типов мешалок нижняя граница рабочего диапазона частоты вращения смещается в область более низкой частоты. При числе оборотов $n=200$ об/мин пропеллерная и лопастная мешалки, а турбинные при $n=400$ об/мин, в отличие от обычной отгонки, дают устойчивое получение гранул овальной и сферической формы. Но при использовании турбинных и лопастных мешалок в условиях низкотемпературной отгонки смещается в ту же сторону к верхней границе рабочего диапазона частоты вращения. Процесс формирования гранул нарушается на верхней границе этого диапазона и при турбинных мешалках, что отсутствует при обычной отгонке, для лопастных мешалок это нарушение происходит при $n=600$ об/мин вместо $n=800$ об/мин при обычной отгонке (рис. 4). Было установлено, что такое нарушение формирования гранул также связано с отложением лака на стенках аппарата при повышенных оборотах мешалок (лопастной $n=600$ об/мин, турбинной $n=1000$ об/мин). Очевидно, что при гранулировании лаковым способом соотношения размеров мешалок и аппарата должны отличаться от общепринятых при простом перемешивании соотношений.

Можно предположить, что причиной различия закономерностей образования гранул при диспергировании лака разными мешалками в условиях обычной и низкотемпературной отгонок является различие реологических свойств лака при этих отгонках (при обычной отгонке лак вспенивается [3]) и зависимости этих свойств от характера сдвиговых воздействий при разных структурах потока жидкой среды в смесителе.

ВЫВОДЫ

При лаковом способе гранулирования тип мешалки значительно влияет на образование гранул нитратов целлюлозы через структуру потока жидкой среды в смесителе. Характер этого влияния зависит также от условий отгонки растворителя.

Структура потока жидкой среды в смесителе, а именно, виды составляющих его частей и их сочетание, определяет устойчивость процесса гранулирования нитратов целлюлозы. Наиболее устойчивое диспергирование лака и формирование гранул происходит при преимущественном действии осевой составляющей потока, что стабильно обеспечивается пропеллерной мешалкой независимо от условий отгонки растворителя.

SUMMARY

THE EFFECT OF AN AFITATOP DESIGN ON GRANULOMA FORMATION OF CELLULOSE NITRATE BY GRANULATION BY VARNISH COATING

*V.K. Lukashov, T.N. Starikova, V.I. Onda, I.I. Shkolnyi,
Shostka Institute of Sumy State University, Shostka*

The effect of an agitator design on granuloma formation of cellulose nitrate by granulation by varnish coating in conditions of mechanical agitation is under investigation. The results showed that the nature of this impact also depends on the conditions of distillation of the solvent. It was found out that the most stable dispersion varnish and granule formation occurs by the preferential action of the axial component of the flow of the liquid medium in the mixer, which is provided by a propeller stirrer.

Key words: *granulation, cellulose nitrate, granules, dispersion, stirrer, varnish coating.*

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ляпин Н.М. Промышленное производство сферического пороха / Н.М. Ляпин, А.А. Староверов, Т.А. Енейкина // Энергетические конденсированные системы: Энциклопедический словарь. – М.: Янус – К., 2000. – С.466-468.
2. Ефіри целюлози. Гранулювання лаковим способом / В.К. Лукашов, Є.М. Никонов, Т.П. Мороз, Т.М. Старикова, В.В. Ключкин // Хімічна промисловість України. – 2009. - №2 (91). – С.20-24.

3. Ефіри целюлози. Вплив умов відгонки розчинника на гранулоутворення при лаковому способі гранулювання / В.К. Лукашов, Є.М. Никонов, Т.П. Мороз, В.В. Ключкин, Т.М. Старикова // Хімічна промисловість України. – 2010. - №2 (97). – С.38-43.
4. Штербачек З. Перемешивание в химической промышленности / З. Штербачек, П. Гауси. – Л.: Госхимиздат, 1963. – 416 с.
5. Васильцов Э.А. Аппараты для перемешивания жидких сред: справочное пособие/ Э.А. Васильцов. – Л.: Машиностроение, 1977. – 272 с.

Поступила в редакцию 25 марта 2011 г.