

圆盘反应器成膜性能的实验研究

吴妙奇 李志鹏 高正明*

(北京化工大学 化学工程学院, 北京 100029)

摘要: 在直径为 0.48 m 圆盘反应器内研究了物料黏度、液位、圆盘转速等因素对反应器功率、最小成膜转速、持液量以及膜厚的影响规律。结果表明:最小成膜转速随黏度的增加而降低,随液位的降低而升高;持液量随黏度和转速增加而增大,黏度较低时增加的趋势低于黏度较高时;无因次混合时间随着线速度的增加先减小后增加;同时得到了功率准数以及膜厚的关联式。

关键词: 圆盘反应器; 最小成膜转速; 液位; 膜厚; 脱挥

中图分类号: TQ051.7

引言

工业上生产聚酯(PET)一般都是经多级熔融缩聚反应得到的^[1]。在连续聚酯生产过程中,低分子量预聚物经过一系列反应最终被转移到终缩聚反应器中。因为主要的缩聚反应是可逆的,为了促进链增长反应以获得高分子量聚合物,故终缩聚反应器的设计和操作通常集中在如何将小分子量的挥发性组分从高黏度聚合物熔体中有效的除去,从而将副产物减少到最低限度。圆盘反应器是脱挥反应器的一个典型代表^[2],早在 20 世纪 60 年代末就广泛用于聚酯生产。

圆盘反应器通过圆盘旋转将黏性介质拉起,并使其成膜,进行物质交换,完成脱挥和反应。成膜、混合与表面更新三者之间相互影响,共同对脱挥产生作用,是圆盘反应器的技术关键。至今已有不少研究者对圆盘反应器进行了相关研究:包括盘上与盘下液体的交换方式^[3]、混合性能^[4]、流动模型^[5]、停留时间分布^[6]、功率特性^[7-8]及成膜特性^[9]。

反应器的脱挥效率主要由界面积大小和表面更新性能所决定^[10],而界面积与成膜性能有关。成膜性能包括持液量、液膜膜厚以及成膜转速,与介质黏度、物料液位以及圆盘转速等因素有关。研究

者^[4,9]对圆盘反应器的成膜特性进行了理论分析,提出了黏附膜和下垂膜的概念,研究了不同黏度下的最小成膜转速,持液量以及弹性对成膜性能的影响,建立了持液量关联式,并且比较了大,中,小釜径对成膜性能的影响。但是没有液位对最小成膜速率和膜厚影响的研究,同时也缺少盘环上膜分布情况的研究。本文研究了圆盘反应器的成膜性能,主要讨论了成膜实验中功耗、混合速率及持液量等因素,并重点考察了最小成膜转速以及盘环上膜厚分布情况。

1 实验部分

1.1 圆盘反应器装置

反应器采用直径 T_1 为 0.48 m,釜长 L 为 0.5 m 的卧式有机玻璃槽。圆盘材料为不锈钢,盘外径 D 为 450 mm,盘内径 D_1 为 370 mm,3 种盘厚 h ,分别为 10,8,6 mm。测最小成膜转速,膜厚及混合时间均采用单盘操作;测持液量时采用双盘操作,两盘安装方式相同,盘间距为 200 mm。传动装置采用变频器可控减速机。实验操作为间歇式,在做功率与液位的关系,最小成膜转速与液位的关系和膜厚随液位的变化关系实验时改变操作液位,其余过程中操作液位均在 $T/3$ ^[11],成膜实验流程和圆盘结构如图 1 和图 2 所示。

1.2 模拟介质

在 $50 \sim 400 \text{ s}^{-1}$ 剪切速率范围内聚酯熔体流动为牛顿型,且有一定弹性,本文主要考虑黏度的影响,因此,实验以牛顿流体糖浆为试验物料,测量功率,混合时间,最小成膜转速,持液量以及膜厚。实

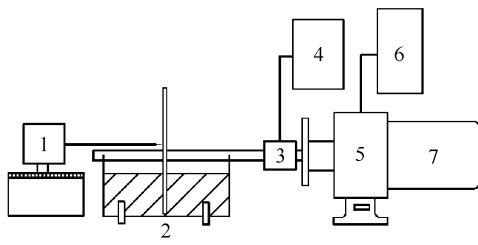
收稿日期: 2010-03-10

基金项目: 国家自然科学基金(20821004)

第一作者: 男,1986 年生,硕士生

* 通讯联系人

E-mail: gaozm@mail.buct.edu.cn



1—探针；2—反应器；3—扭矩传感器；
4—记录仪；5—减速机；6—变频器；7—电机

图 1 圆盘成膜实验流程图

Fig. 1 Schematic illustration of the experimental film-forming process

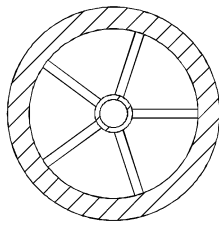


图 2 圆盘结构图

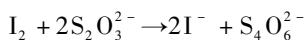
Fig. 2 Schematic illustration of the disc-ring

验过程中糖浆的物性数据为：密度 ρ 为 $1300 \sim 1400 \text{ kg/m}^3$ ，黏度 μ 为 $5 \sim 150 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 。

1.3 测试方法

功率由式 $P = M\omega$ 计算得，而扭矩通过扭矩传感器输出的电压信号换算得到。成膜转速由变频器调节转速，通过观察下垂膜成膜状况来判断最小成膜转速，当盘面能形成完整的下垂膜，此时记录下的转速即为最小成膜转速。持液量由圆盘静止时与转动时釜内液位变化并通过换算得到。膜厚用探针直接测量，将探针慢慢往前移直到刚好接触到盘面，将此时设为基准零点，然后慢慢将探针往外拉，直到探针刚好接触膜表面，记录此时的读数即为膜厚度^[12]。

混合时间采用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 与 I_2 褪色反应体系，取 20 mL 配制好的 0.05 mol/L 的碘水与糖浆混合均匀，并加入少许淀粉溶液然后再注入 20 mL 0.1 mol/L 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液。当全釜颜色从褐蓝色变为无色，此时记录下的时间即为混合时间，其反应式如下所示。



2 结果与讨论

2.1 功率特性

在同一黏度下，测定了不同转速下的功率消耗

及在同一转速下，不同黏度的功率消耗，其功率准数与雷诺数的关系如图 3。

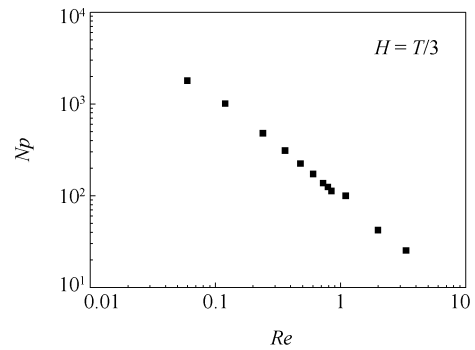


图 3 功率准数 N_p 与雷诺数 Re 的关系

Fig. 3 Relationship between N_p and Re

黏性介质中，功率消耗主要来自盘环与液相主体的摩擦，并且受盘环上液体重力分布影响，所以要考虑黏性力、惯性力和重力的影响，并且随着液位的变化而变化。实验对雷诺数，弗鲁德数以及液位进行了关联，得到单盘功率准数关联式：

$$N_p = 164.162Re^{-0.75} Fr^{-0.132} (H/T)^{0.802} \quad (Re < 5, Fr < 0.002)$$

式中 $N_p = P/\rho N^3 D^5$, $Re = \rho ND^2/\mu$, $Fr = N^2 D/g$

2.2 最小成膜转速受黏度和液位的影响

最小成膜转速随黏度的变化关系如图 4。黏度越高，最小成膜转速越小，且其变小的趋势越来越缓，即高黏度流体有利于成膜。这是因为高黏度物料的黏性力较大，当圆盘旋转时，被圆盘带起的量要比低黏度物料多，而下垂膜是由重力作用形成的，这样更容易成膜。

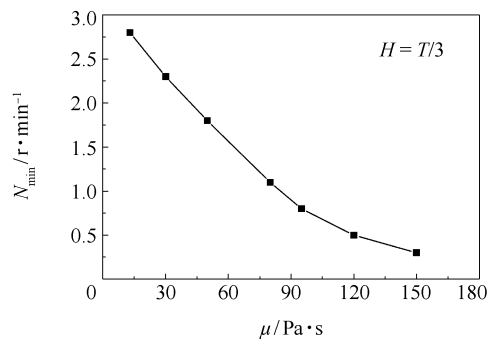


图 4 最小成膜转速随黏度的变化关系

Fig. 4 Relationship between minimum film-forming speed and viscosity

不同黏度，不同液位下的最小成膜转速如图 5 所示。实验发现，液位对成膜影响较大。最小成膜转速随着液位的降低而增加，但是当 $H \leq 0.25T$ 时，

各实验黏度条件下都不能形成完整的下垂膜,需要提高操作液位便于成膜。这是因为提高液位后,暴露在空气中的盘面积减少,盘环上的物料容易铺满盘面,而且粘附在盘环上的物料下落的相对距离缩短,下落的时间减少,从而能保证有足够的时间下垂成膜。

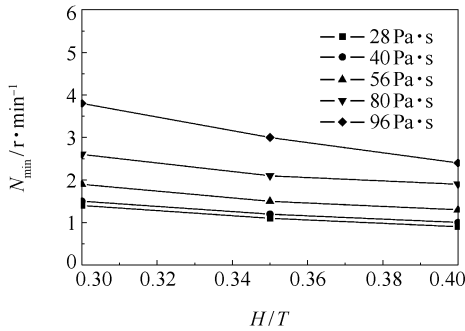


图5 不同黏度下最小成膜转速随液位的变化关系
Fig. 5 Relationship between minimum film-forming speed and liquid level

2.3 转速对持液量的影响

从图6中可以看出黏度为56 Pa·s下,转速到20 r/min时,持液量随转速的变化基本是条直线,趋缓现象不明显;而黏度为40和25 Pa·s时均能明显看出持液量随转速的变化趋缓,并且25 Pa·s时趋缓速率比40 Pa·s时的快。这是因为持液量由黏附膜和下垂膜组成,而其中的黏附膜占绝大多数,转速增高时带起的物料增多。但当转速较高时,带起的物料量很大,此时物料的重力不可忽视,与黏性力和惯性力相互作用达到平衡,以致成膜状况和持液量变化不大。

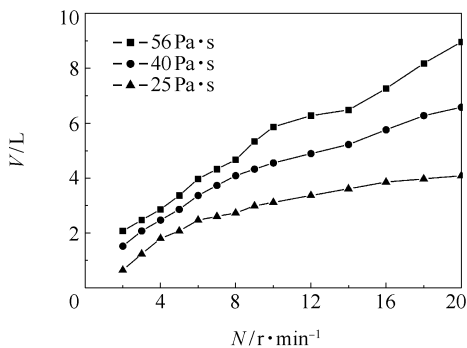


图6 不同黏度下持液量与转速的关系
Fig. 6 Relationship between hold-up and speed

2.4 线速度对混合速率的影响

在同一黏度,液位为T/3,不同转速下,分别测定了黏度为70,55和34 Pa·s下无因次混合时间随

线速度的变化关系,如图7所示。线速度增加,无因次混合时间先减小后增加,即存在一临界线速度:70 Pa·s为0.4 m/s,55 Pa·s为0.45 m/s,34 Pa·s为0.6 m/s。这是因为速度提高后,盘环带起的量较多,对盘环上物料的彼此更新不利,本体更新和盘面更新同时作用,使得混合效率先提高后降低。

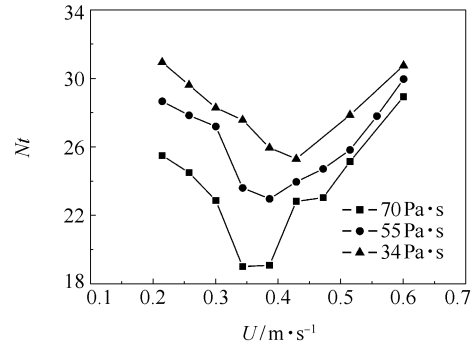


图7 不同黏度下无因次混合时间与线速度的关系
Fig. 7 Relationship between dimensionless mixing time and wire speed

2.5 膜厚分布及关联式

当圆盘以一定角速度旋转时,由于黏性力作用,物料被圆盘带起形成黏附膜。同时流体又受重力作用而沿圆盘下流,这样就使得膜在盘面上分布不均一。实验分别测了沿旋转方向和径向(如图8)的膜分布。A,B,C,D,E分别为距圆盘中心205 mm处的不同角度的点,测得的膜厚为这些点的厚度。

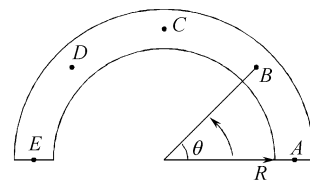


图8 膜厚测量点分布图

Fig. 8 The distribution of measurement points

膜厚沿旋转方向的分布如图9(a)所示,从图中可以看出,膜厚沿着旋转方向减小,并且可以看出在A点,物料被带起,膜最厚,但是随着圆盘旋转,大部分物料都在C点之前离开了盘环形成下垂膜。从图9(b)可以看出膜厚的径向分布,在A点和E点,膜都是中间厚,两边薄,并且盘内径边缘比盘外径边缘的膜要厚,而在C点,随着重力作用,沿着盘径方向,膜厚一直增加。

在反应器成膜过程中,当圆盘转速或者物料黏度较高时,需考虑重力的影响,而表面张力可以忽略。因此液膜的厚度就取决于黏性力和重力的竞

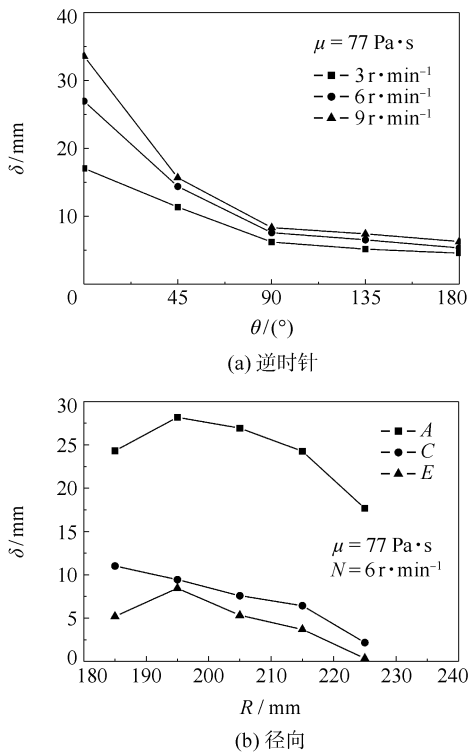


图 9 不同转速下盘环膜厚的旋转和径向分布图

Fig. 9 Distribution of the rotal and radial film thickness

争。在设备条件确定后,膜厚就受操作条件的影响,包括转速,物料黏度以及液位。实验测量了不同转速,黏度,液位和圆盘厚度对 A 点膜厚的影响,并回归得到了相应的关联式如下:

$$\delta/h = 4534.3 Re^{-0.603} Fr^{0.671} (H/T)^{0.637} \quad (Re < 6, Fr < 0.003)$$

3 结论

(1) 建立了圆盘反应器单盘功率准数与雷诺数、弗鲁德数以及液位的关系:

$$Np = 164.162 Re^{-0.75} Fr^{-0.132} (H/T)^{0.802}$$

(2) 当液位 $H > 0.25T$ 时,最小成膜转速随黏度的增加而降低,随液位的降低而升高;持液量随黏度和转速增加而增大,但低黏时其增加的趋势较高黏时缓慢;无因次混合时间随着线速度的增加先减小后增加。

(3) 得到了盘环上的膜厚分布,并建立了膜厚与雷诺数、弗鲁德数和液位的关系式:

$$\delta/h = 4534.3 Re^{-0.603} Fr^{0.671} (H/T)^{0.637}$$

符 号 说 明

D ——盘外径,mm

D_1 ——盘内径,mm
 Fr ——弗鲁德数
 h ——盘厚,mm
 L ——釜长,mm
 M ——扭矩,N·m
 N ——转速,r/min
 N_{min} ——最小成膜转速,r/min
 Np ——功率准数
 P ——功率,W
 R ——盘上点到盘中心距离,mm
 Re ——搅拌雷诺数
 T ——釜内径,mm
 T_1 ——釜外径,mm
 t ——混合时间,s
 U ——线速度,m/s
 V ——持液量,L
 δ ——膜厚,mm
 θ ——角度,(°)
 μ ——黏度,Pa·s
 ρ ——密度,kg/m³
 ω ——角速度,s⁻¹

参 考 文 献:

[1] 张师民. 聚酯的生产及应用[M]. 北京:中国石化出版社,1997.
 Zhang S M. Production and application of polyester[M]. Beijing: Petroleum Chemical Press China, 1997. (in Chinese)

[2] 黄家琪,梅兆林. 终缩聚圆盘反应器脱挥过程和强化措施[J]. 聚酯工业,2003,16(3):6-8.
 Huang J Q, Mei Z L. Degasification process and strengthening measure of final polycondensation disk reactor[J]. Polyester Industry, 2003, 16(3): 6-8. (in Chinese)

[3] Suga K, Boongorsrang A. A new model of mass transfer in a rotating disc contractor[J]. Chemical Engineering Science, 1984, 39(4): 667-673.

[4] 张伟,赵文忠,李铭,等. 圆盘反应器的流动与混合特性[J]. 华东理工大学学报,1997,23(1):1-6.
 Zhang W, Zhao W Z, Li M, et al. The research of flowing and mixing characteristic in disc-ring reactor[J]. East China University of Science and Technology, 1997, 23(1): 1-6. (in Chinese)

[5] 黄家琪. 圆盘反应器的流动模型[J]. 聚酯工业,2004,17(5):10-13.
 Huang J Q. The flow model of disc reactor[J]. Polyester Industry, 2004, 17(5): 10-13. (in Chinese)

- [6] Myung J K, Yong S G, Ho N C. Residence time distribution analysis in controllable flow conditions; Case of rotating disc reactor [J]. *Chemical Engineering Science*, 1984, 39(5): 813-819.
- [7] 王良生, 戴干策. 流体弹性对圆盘反应器功率特性的影响[J]. *化工学报*, 2000, 51(4): 495-500.
Wang L S, Dai G C. Effect of fluid elasticity on power consumption in disc-ring reactor[J]. *Chemical Journal*, 2000, 51(4): 495-500. (in Chinese)
- [8] 陈忠辉, 王凯, 冯连芳, 等. 卧式双轴圆盘反应器功率特性研究[J]. *合成技术及应用*, 2000, 15(4): 6-9.
Chen Z H, Wang K, Feng L F, et al. Study on the stirring power of horizontal twin-axis disc-ring reactor[J]. *Synthetic Technology and Application*, 2000, 15(4): 6-9. (in Chinese)
- [9] 王良生, 戴干策. 圆盘反应器成膜性和持液量研究[J]. *化学反应与工艺*, 2000, 16(2): 127-135.
Wang L S, Dai G C. A study of film-forming and hold-up in a rotating disc-ring reactor[J]. *Chemical Reaction Engineering and Technology*, 2000, 16(2): 127-135. (in Chinese)
- [10] 蒋春跃, 戴干策. PET 聚酯终缩聚过程的工程分析—卧式双轴脱挥反应器[J]. *聚酯工业*, 1999, 12(1): 10-18.
Jiang C Y, Dai G C. PET polyester polycondensation process of final engineering analysis-horizontal twin-axis devolatilization reactor[J]. *Polyester Industry*, 1999, 12(1): 10-18. (in Chinese)
- [11] 张伟, 戴干策, 戴迎春, 等. 终聚圆盘反应器混合性能初析[J]. *聚酯工业*, 1996, 9(2): 5-7.
Zhang W, Dai G C, Dai Y C, et al. Preliminary analysis of final polycondensation reactor mixing performance in disc-ring reactor[J]. *Polyester Industry*, 1996, 9(2): 5-7. (in Chinese)
- [12] Seong I C, Kyu Y C. A study on the polymer layer-forming phenomena in a rotating disk polycondensation reactor [J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 1995, 55: 1819-1826.

Film-forming characteristics in a rotating disk reactor

WU MiaoQi LI ZhiPeng GAO ZhengMing

(College of Chemical Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: The factors affecting power consumption, minimum film-forming speed, liquid hold-up and film thickness in a rotating disk reactor of diameter 0.48 m have been investigated experimentally. The results show that the minimum film-forming speed decreases with increasing viscosity and liquid level. The hold-up increases with increasing viscosity and rotation speed especially at lower viscosity. The dimensionless mixing time initially increases and then decreases with increasing tip velocity. The correlation equations for power consumption and film thickness were obtained.

Key words: rotating disk reactor; minimum film forming speed; liquid level; film thickness; volatilization