

不同搅拌桨对反应结晶效果的影响

高绍楠 黄雄斌*

(北京化工大学 化学工程学院, 北京 100029)

摘要: 在直径为 0.285 m 的立式搅拌槽中,通过测定氯化钾溶液结晶的平均粒径、分布以及不同桨型的混合时间,对 CBY 桨、锚式桨等桨型在反应结晶过程中的效果进行了实验研究。结果表明,大直径($D/T=0.67$)的下压式两叶 CBY + 三叶后掠桨的组合,最适用于反应结晶过程,而工业中适用于降温结晶操作的锚式桨,不能同时满足结晶与反应的要求。晶体平均粒径 d_m 与叶端线速度 v 的 0.15 ~ 1.76 次方成反比,晶体大颗粒分数 $x_{(0.45-0.6\text{mm})}$ 与叶端线速度 v 的 1.7 ~ 3.59 次方成反比。

关键词: 结晶搅拌; 反应结晶; 晶体粒径; 搅拌桨

中图分类号: TQ027.2

引言

工业界的结晶反应器大多采用的是搅拌釜式反应器。搅拌桨性能对结晶器内晶体的产生与大小形态起着至关重要的作用。

对于普通降温结晶与蒸发结晶过程,在结晶操作中应使搅拌桨剪切力较弱,以避免过多的二次成核作用,导致晶体颗粒较小以及粒径分布不均。对此类结晶过程,通常在工业生产中选择低剪切轴流桨和混流桨,如在氯化钾结晶器^[1]、制糖真空结晶罐^[2]中,采用轴流桨更具优势。针对降温结晶过程,Akrap 等^[3]系统地比较了不同型式(轴流与径流)桨的结晶效果,发现轴流桨对结晶生长更有利。薛兆鹏等^[4]采用计算流体力学方法对轴流桨的结构进行了优化。而反应结晶过程中,物料浓度的均匀度对结晶过程的影响也很重要,局部浓度过高或过低也将导致结晶粒径不均匀。因此,不仅要考虑强剪切对颗粒直径的负面影响,还需考虑强剪切对不同物性物料混合的正面作用。

目前把多种搅拌桨对反应结晶过程的影响进行统一比较的研究不是很多,本文重点比较不同的搅拌桨对于反应结晶过程的影响,根据结晶粒径大小和混合时间评价标准,试图找出适用于反应结晶的

搅拌桨及最优工艺条件。

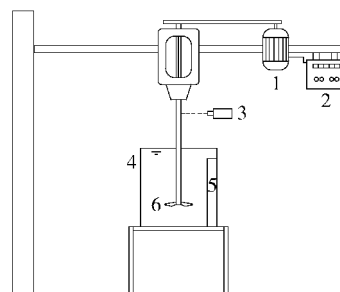
1 实验部分

1.1 实验物料

实验选用氯化钾-水作为结晶体系,用溴百里香酚蓝、0.5 mol/L 的硫酸与 1 mol/L 的氢氧化钠测量混合时间。

1.2 实验装置

实验装置如图 1 所示,搅拌槽是直径 T 为 0.285 m 的圆柱形槽,槽体由透明有机玻璃制成圆柱形,槽底为平底,挡板可拆卸,设有 4 块均布挡板,宽 0.028 m,挡板距槽壁 0.005 m。



1—电机; 2—可控硅调速器; 3—便携式转速计; 4—搅拌槽; 5—挡板; 6—叶轮

图 1 搅拌系统示意图

Fig. 1 Diagram of the stirring system

搅拌桨如图 2 所示, D 代表搅拌桨直径,实验中用到的桨为三叶 CBY 桨(3-CBY, $D/T=0.67$, $D/T=0.46$)^[5]、六直叶涡轮桨(RT, $D/T=0.33$)、四斜叶桨(4-PBT, $D/T=0.58$)、三叶后掠桨(I3BB, $D/T=0.67$)、两叶 CBY + 三叶后掠桨(2-CBY + I3BB, $D/T=$

收稿日期: 2013-05-13

第一作者: 男,1985 年生,硕士生

* 通讯联系人

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

0.67)、两叶 CBY 带副叶桨(2-CBYsb, $D/T=0.67$)、锚式桨(AP, $D/T=0.98$)。

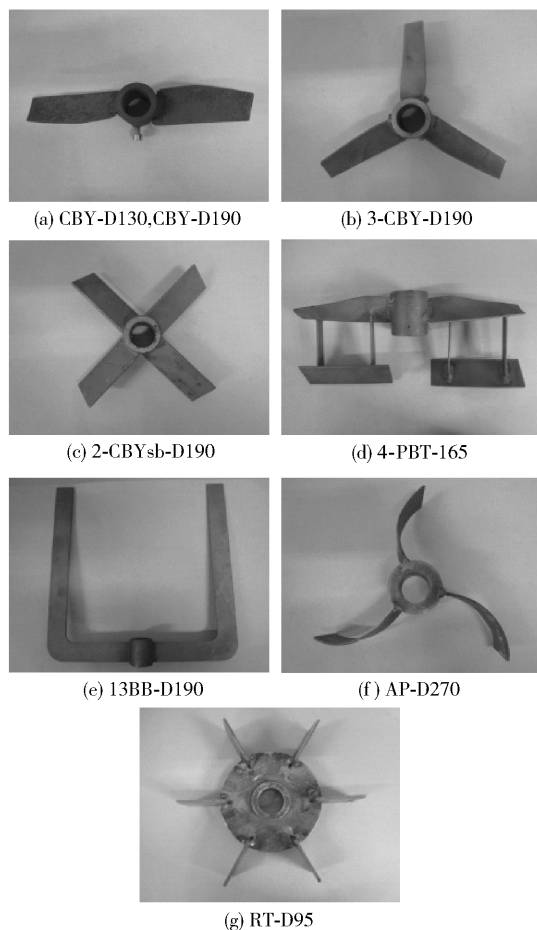


图2 实验桨型实物图

Fig. 2 Pictures of different types of impeller

1.3 测试方法

本文的研究方法是分别比较不同桨型剪切对结晶粒径及混合时间的影响规律,综合这两个影响规律,得出适于反应结晶的搅拌桨及最优工艺条件。因此,为简化实验,剪切对结晶粒径的影响规律仍在降温结晶条件下来研究。实验中保持每次实验降温结晶过程一致。

1.3.1 晶体结晶

由于降温结晶过程简单,易操作,结晶方法采用氯化钾饱和溶液在搅拌槽中降温结晶。把饱和氯化钾溶液在加搅拌并且搅拌槽加盖防止水分蒸发的条件下,在室温下从 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 降至 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$,使溶液达到过饱和,晶体逐渐析出。由于室温不是恒定的,在室温较高时用电风扇吹搅拌槽体,促进其降温。使每次实验降温时间(2.5 h)保持一致。

用筛分法^[6]测量晶体粒径分布,计算晶体平均

粒径的公式为

$$d_m = 1 / \left(\sum x_i / d_{m,i} \right) \quad (1)$$

式(1)中, d_m 为晶体平均粒径, mm; x_i 为每一层筛子上的晶体的质量分数, $d_{m,i}$ 为相邻两层筛子的平均值, mm。

1.3.2 混合时间

利用溴百里香酚蓝在碱性条件下呈蓝绿色、在酸性条件下呈黄色的特性,来作为指示剂,采用酸碱变色法来测量各个桨的混合时间。混合时间的测量是在清水中完成的。

1.3.3 功率

采用扭矩传感器测量搅拌轴扭矩,转速计测量搅拌轴转速,功率等于扭矩乘角速度。

2 结果与讨论

2.1 轴流桨与径流桨对结晶的影响

本节主要讨论轴流式(CBY 桨)、径流式(六直叶涡轮桨)和混流式桨(四斜叶桨)对结晶的影响。从图3可以看出,实验中4种不同桨型产生的平均粒径都是随叶端线速度增大而减小的,在相同的叶端线速度下,几种搅拌桨产生的晶体平均粒径由大到小依次为 CBY ($D/T=0.67$), CBY ($D/T=0.46$), 四斜叶桨,六直叶涡轮桨。CBY 桨产生的晶体平均粒径要大于四斜叶桨和六直叶涡轮桨。

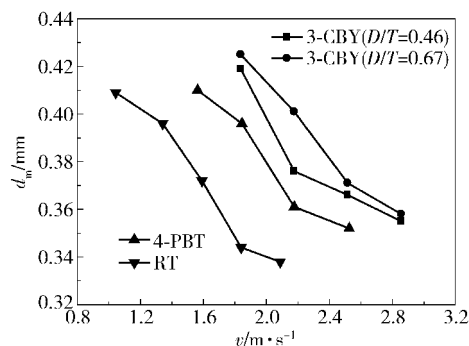


图3 晶体平均粒径随叶端线速度的变化

Fig. 3 Variation of particle size with tip speed

在图4中,六直叶涡轮桨在较小的叶端线速度下虽然产生的大颗粒分数较多,但同时产生的细晶也较多,造成平均粒径较小,这是因为涡轮桨的剪切作用较大,使晶体二次成核作用增大,容易打碎晶体形成细晶。

转速高于最小转速(使固体颗粒刚刚均匀悬浮起的转速)的1.6倍时,各个桨的晶体平均粒径大

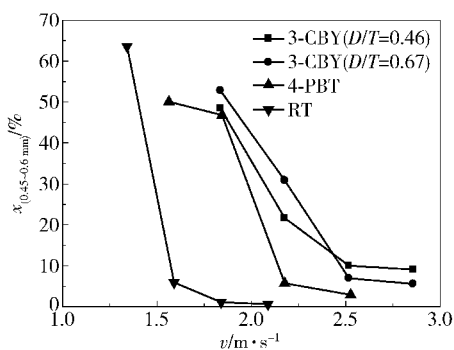


图 4 晶体大颗粒分数随叶端线速度的变化

Fig. 4 Variation of large particle fraction with tip speed
 颗粒分数降低的趋势变得非常平缓,这时晶体已达到最小,转速再增加对其产生的影响很小。

表 1 为晶体平均粒径和大颗粒分数随叶端线速度变化的关系,叶端线速度的变化范围为 1.0 ~ 2.8 m/s。

表 1 晶体平均粒径以及大颗粒分数和叶端线速度的关系

Table 1 Variation of particle size and large particle fraction with tip speed

搅拌桨	$d_m \propto v$	$x_{(0.45-0.6\text{ mm})} \propto v$
3-CBY ($D/T=0.46$)	$d_m \propto v^{-0.15}$	$x_{(0.45-0.6\text{ mm})} \propto v^{-1.70}$
3-CBY ($D/T=0.67$)	$d_m \propto v^{-0.17}$	$x_{(0.45-0.6\text{ mm})} \propto v^{-2.41}$
4-PBT	$d_m \propto v^{-0.17}$	$x_{(0.45-0.6\text{ mm})} \propto v^{-3.32}$
RT	$d_m \propto v^{-0.22}$	$x_{(0.45-0.6\text{ mm})} \propto v^{-3.59}$

从表 1 可以看出,由于六直叶涡轮桨的强剪切应力,其对晶体平均粒径和大颗粒分数的影响是最大的,随着速度的增大, d_m 和 $x_{(0.45-0.6\text{ mm})}$ 下降很快;其次是四斜叶桨和 CBY 桨。由于径流型搅拌器的压头很大,其叶轮剪切作用高,当叶轮转动时会与结晶颗粒碰撞,导致晶体的破碎,二次成核机理增强^[7],使晶体平均粒径降低,而且大颗粒被打碎,生成很多细晶。四斜叶桨为混流桨,在主要作用为径流输出的同时也会使流体产生轴向的流型,但它的桨叶也会对晶体产生很强的剪切作用,不利于晶体颗粒的长大,并且流体的流动状态也不利于物料的混合。而且四斜叶桨对晶体的上升作用不强,大部分晶体在搅拌槽的中下部呈径向流动,不利于全槽内的混合。CBY 搅拌桨产生的流型为轴流式,它的压头很小,剪切作用弱,其在运行时流体的排出方向为搅拌轴的方向,因此避免了过多的接触成核。由于其循环流动的体积流量较大,在运行时保持很小

的转速,就能形成很好的流型,使固相颗粒随液相上下运动,有利于晶体颗粒的生长^[8]。轴流型搅拌桨产生的流型具有一定的上升作用,大部分细晶随之上升,这对晶体颗粒的长大有利。

降温结晶粒径大小只能反映反应结晶过程中剪切对结晶粒径的不利影响,为了比较剪切对搅拌槽内混合时间的影响,将几种桨型取得一定晶体平均粒径时对应的混合时间绘于图 5 中。从图 5 可以看出,在相同晶体平均粒径下,较小 D/T 的 CBY 桨混合时间最长。在 d_m 小于 0.4 mm 时,四斜叶桨和六直叶涡轮桨的混合时间略低于较大的 CBY 桨, d_m 大于 0.4 mm 时,较大的 CBY 桨混合时间短于四斜叶桨和六直叶涡轮桨。所以在取得较大晶体的同时还要保证混合时间较短,可选用较大桨径 CBY 桨用于反应结晶过程。

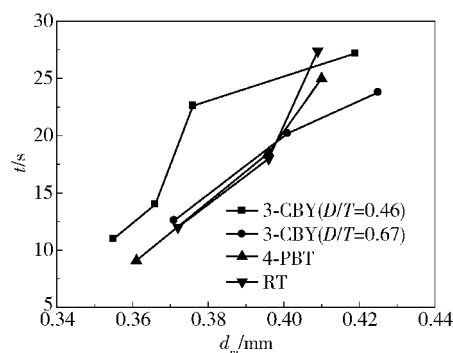


图 5 混合时间与平均粒径的关系

Fig. 5 Variation of mean particle size with mixing time

2.2 几种大直径桨型对结晶的影响

图 6 是不同桨型结晶粒径与叶端线速度的关系图,由图 6 可以看出,锚式桨、两叶 CBY + 下三叶后掠桨、三叶后掠桨、两叶 CBY 带副叶桨在转速较小时就可以使颗粒全部悬浮。在晶体平均粒径的比较上,三叶后掠桨和两叶 CBY 带副叶桨产生的 d_m 较小;三叶后掠 - 两叶 CBY 组合桨转速很低,使得叶片剪切应力较小,可以产生较大的晶体平均粒径,其 d_m 与 $v(0.8 \sim 1.2\text{ m/s})$ 的关系为

$$d_m \propto v^{-0.33} \tag{2}$$

锚式桨转速最低,功率小,产生的晶体平均粒径很大。但转速增加,晶体明显变小,晶体平均粒径与叶端线速度的关系为

$$d_m \propto v^{-1.76} \tag{3}$$

其斜率远远大于其他桨型,操作弹性最小,所以在采用锚式桨时应使其固定在较小的转速下。CBY 桨 ($D/T=0.67$) 转速增加时晶体平均粒径减小的幅度

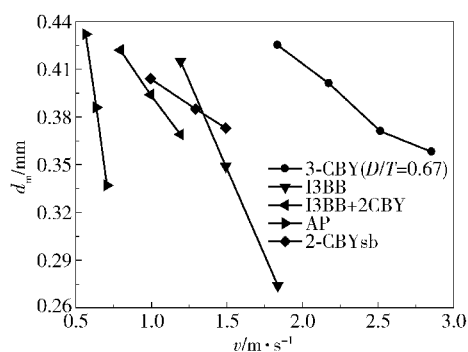


图6 晶体平均粒径随叶端线速度的变化

Fig. 6 Variation of particle size with tip speed

较小(见表1),操作弹性较其他几种桨大。

三叶后掠桨是径流桨,其桨叶上翘,液体沿桨叶排出,具有很好的循环效果,但是径流桨普遍剪切作用较大。在三叶后掠桨上加1个两叶CBY桨可以增强循环效果,也可以进一步降低转速。组合桨的形式相对单一的三叶后掠桨来说叶端线速度较低,功率消耗也很低,有利于晶体的生长,削弱打碎作用。组合桨的混合时间在几种桨型中也有很大优势,可以使物料迅速混合,对反应结晶过程非常有利。

图7为取得一定晶体平均粒径时相对应实验条件下的混合时间。结合图7来看,在产生相同晶体平均粒径的情况下,组合桨的混合时间低于CBY桨,有利于反应结晶过程的进行。锚式桨混合时间非常大,不适用于反应结晶,但由于其产生的晶体粒径较大,可用于降温结晶等过程。

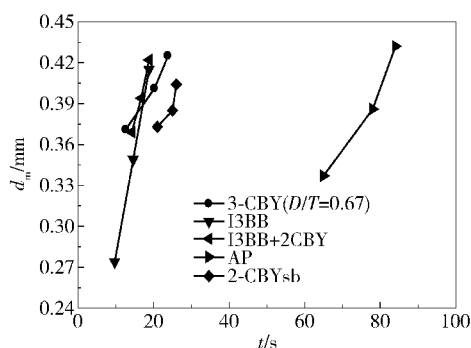


图7 晶体平均粒径和混合时间的关系

Fig. 7 Variation of particle size with mixing time

表2为几种不同桨型可产生的最大晶体平均粒径及相对转速时测得的大颗粒分数、混合时间、功率和方差。锚式桨产生的平均粒径最大,其次是CBY桨($D/T=0.67$)、三叶后掠-两叶CBY桨。但通过对比混合时间,锚式桨的混合时间很长,不利于反应结晶的过程。三叶后掠-两叶CBY组合桨混合时间

最快,且功率较低,所以在以上几种桨型中最适用于反应结晶过程。3-CBY桨在所有桨中方差 S 最小,所以其产生的晶体粒径分布是最均匀的。

表2 不同桨型可产生晶体最大平均粒径条件下的比较

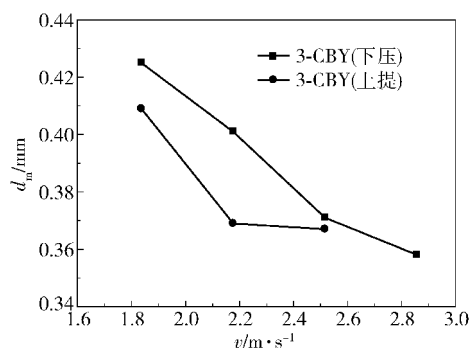
Table 2 Comparison of other parameters for each impeller

搅拌桨	最大 $d_m /$ mm	$x_{(0.45-0.6\text{mm})} /$ %	$t /$ s	P / W	S
3-CBY	0.425	52.77	23.8	1.844	0.008
I3BB	0.415	44.73	18.78	3.58	0.010
2-CBYsb	0.409	34.61	26	0.73	0.016
I3BB+2CBY	0.422	51.03	18.8	1.22	0.014
AP	0.432	53.87	84	0.09	0.014

2.3 CBY桨上提和下压操作的对比

由于桨的上提操作可以把固体颗粒上提而不是下压打到槽底,故在实验前设想这种操作可以减少晶体与槽底的碰撞,有利于晶体的长大。本节对比了上提操作和下压操作对结晶过程的影响,为工业应用提供参考。

图8~9是CBY桨上提与下压产生的晶体平均粒径比较以及平均粒径对应的混合时间。上提操作产生的晶体平均粒径小于下压操作时产生的晶体平均粒径,并且混合时间会大大增加,所以CBY桨上提的操作不适用于结晶过程。

图8 CBY($D/T=0.67$)上提与下压产生的晶体平均粒径的比较Fig. 8 Comparison of particle sizes created by CBY ($D/T=0.67$) pushing and pulling operations

3 结论

(1) 大直径的下压式两叶CBY+三叶后掠桨的组合,最适用于反应结晶过程。工业中适用于降温结晶操作的锚式桨,不能同时满足结晶与反应的要求。

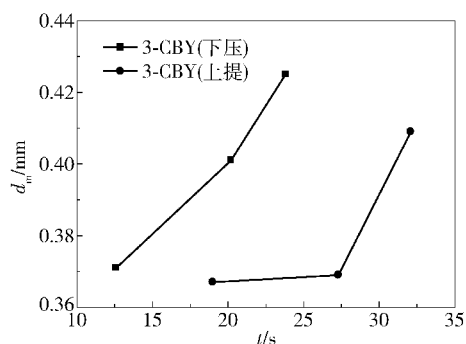


图 9 CBY ($D/T=0.67$) 上提与下压产生的晶体平均粒径对应的混合时间

Fig. 9 Comparison of mixing times created by CBY ($D/T=0.67$) pushing and pulling operations

(2) 晶体平均粒径 d_m 与叶端线速度 v 的 0.15 ~ 1.76 次方成反比, 晶体大颗粒分数 $x_{(0.45-0.6\text{mm})}$ 与叶端线速度 v 的 1.7 ~ 3.59 次方成反比。CBY 的上提操作不适用于结晶过程。

参考文献:

- [1] 田震, 王建青, 马国华. 氯化钾结晶器搅拌选型探研[J]. 化工矿物与加工, 2008(8): 9-10.
Tian Z, Wang J Q, Ma G H. Selection of potassium chloride crystallization agitator[J]. Industrial Minerals and Processing, 2008(8): 9-10. (in Chinese)
- [2] 岳翠鸣. 结晶罐搅拌装置的改进设计与应用[J]. 甘肃科技, 2008, 24(1): 23-25.
Yue C M. Improvement and utilization of crystallization agitators[J]. Gansu Science and Technology, 2008, 24(1): 23-25. (in Chinese)
- [3] Akrap M, Kuzmancic N, Kardum J P. Impeller geometry effect on crystallization kinetics of borax decahydrate in a batch cooling crystallizer[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2012, 90: 793-802.
- [4] 薛兆鹏, 徐燕申, 牛文铁. 基于流体分析的工业结晶器搅拌桨结构优化[J]. 西南交通大学学报, 2003, 38(5): 501-504.
Xue Z P, Xu Y S, Niu W T. Optimum design of industrial crystallizer impeller based of computational fluid dynamics[J]. Journal of Southwest Jiaotong University, 2003, 38(5): 501-504. (in Chinese)
- [5] 黄雄斌, 王英琛, 林猛流, 等. 轴流式搅拌器: 中国 92242172.2[P]. 1992-11-30.
Huang X B, Wang Y C, Lin M L, et al. Axial impeller: CN 92242172.2[P]. 1992-11-30. (in Chinese)
- [6] 李文凯, 吴玉新, 黄志民, 等. 激光粒度分析和筛分法测粒径分布的比较[J]. 中国粉体技术, 2007(5): 10-13.
Li W K, Wu Y X, Huang Z M, et al. Measurement results comparison between laser particle analyzer and sieving method in particle size distribution[J]. China Powder Science and Technology, 2007(5): 10-13. (in Chinese)
- [7] 王云生, 沙作良, 曾向东. 悬浮状态下氯化钠晶体二次成核过程研究[J]. 盐业与化工, 2009, 38(1): 7-10.
Wang Y S, Sha Z L, Zeng X D. Secondary nucleation process of sodium chloride crystal in the suspended status[J]. Journal of Salt and Chemical Industry, 2009, 38(1): 7-10. (in Chinese)
- [8] 祁洪波, 杨维强, 王光成. 氯化钾生产结晶设备及工艺研究[J]. 无机盐工业, 2007, 39(4): 41-43.
Qi H B, Yang W Q, Wang G C. Study on crystallization equipment and production process of potassium chloride[J]. Inorganic Chemicals Industry, 2007, 39(4): 41-43. (in Chinese)

Effect of impeller type on crystallization reactions

GAO ShaoNan HUANG XiongBin

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

Abstract: Using a vertical stirred tank with a diameter of 0.285 m, the effects of different impeller types on crystallization reactions have been experimentally studied by measuring the crystal size of potassium chloride obtained using different mixing times and different impellers such as CBY and anchor-type. The experimental results showed that large impeller diameters ($D/T=0.67$) with a combined 2-CBY and I3BB impeller, is suitable for the crystallization reaction but the anchor-type, which has previously been used for cooling crystallization, is not suitable for this crystallization reaction. The mean particle size d_m depends indirectly on $v^{0.15-1.76}$ and the large particle fraction $x_{(0.45-0.6\text{mm})}$ depends indirectly on $v^{1.7-3.59}$.

Key words: crystallization mixing; reaction crystallization; crystal mean size; impeller

<http://www.journal.buct.edu.cn>