

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА СУШКИ ПОЛУПРОДУКТОВ ОРГАНИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ ПОД ВАКУУМОМ

А.И. Леонтьева, К.В. Брянкин, А.А. Дегтярев

*Кафедра «Химические технологии органических веществ»,
ГБОУ ВПО «ТГТУ»; nach_umi@nnn.tstu.ru*

Представлена членом редколлегии профессором В.И. Коноваловым

Ключевые слова и фразы: вакуум-гребковая сушилка; гранулообразование; критическая температура; полупродукты органических красителей; термолабильные характеристики.

Аннотация: Представлены результаты исследований кинетических характеристик процесса сушки под вакуумом в неподвижном слое и в режиме перемешивания. Оценено влияние посторонних примесей на интенсивность процесса обезвоживания. Даны рекомендации по выбору метода сушки пастообразных полупродуктов органических красителей производных нафталина и бензола, обладающих термолабильными характеристиками.

В современных условиях для отечественной промышленности, химической в том числе, одной из главных задач является получение конкурентоспособного продукта со стабильными качественными показателями. Применительно к производствам полупродуктов органических красителей (ПОК) к основным качественным характеристикам относятся концентрация целевого вещества и его химическая чистота. Обеспечить требуемые качественные показатели можно путем обезвоживания пасты сушкой.

Объектами исследования являлись представители класса нафталина (Гамма- и И-кислота), а также производные бензола (парафенилендиамин). Предварительное изучение показало, что данные ПОК обладают ярко выраженными термолабильными свойствами: в присутствии кислорода воздуха при длительном температурном воздействии наблюдается разложение целевого компонента. Критическими температурами являются: для Гамма- и И-кислот – 90 °С, для парафенилендиамина – 40 °С [1–4]. При более высоких температурах происходит существенное увеличение скорости термического разложения. В связи с этим в качестве метода обезвоживания выделенных ПОК можно предложить термическую сушку под вакуумом, традиционно используемую в производствах органического синтеза.

Для разработки практических рекомендаций были проведены экспериментальные исследования по вакуумной сушке в двух режимах: 1) в неподвижном слое высушиваемого материала; 2) в режиме перемешивания.

Первый режим изучался на установке (рис. 1), состоящей из вакуумного сушильного шкафа SPT-200 1, ловушки 2 и вакуум-насоса 3.

Режим вакуумной сушки при перемешивании высушиваемого материала изучался на экспериментальной установке (рис. 2), изготовленной и смонтированной в лаборатории физико-механических процессов центральной заводской лаборатории ОАО «Пигмент» и состоящей из лабораторной вакуум-гребковой сушилки, привода мешалки, вакуумной линии, системы подготовки теплоносителя и контрольно-измерительных приборов.

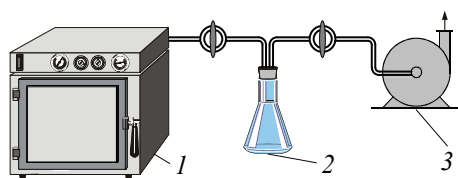


Рис. 1. Схема лабораторной установки: 1 – вакуумный сушильный шкаф; 2 – ловушка-брызгоулавитель; 3 – вакуум-насос

Лабораторная вакуум-гребковая сушилка (ВГС) представляет собой цилиндрический сварной корпус (диаметром 200 мм) с двумя торцевыми крышками, в которые вмонтированы подшипники качения, являющиеся опорами мешалки. Корпус с рубашкой и ротор снабжены штуцерами для подачи теплоносителя и выхода конденсата. В корпусе имеются горловины для загрузки и выгрузки продукта. Сушилка устанавливается на четырех лапах, приваренных к рубашке. В торцевой крышке, расположенной с противоположной стороны от привода, имеется люк для отбора проб без сброса вакуума. Разгрузочный люк снабжен подвижным устройством для герметичного соединения клапана и штуцера и имеет систему подвода для охлаждения уплотняющей прокладки. Раскрытие люка обеспечивается отжимом клапана от горловины штуцера воротковым и червячным механизмами.

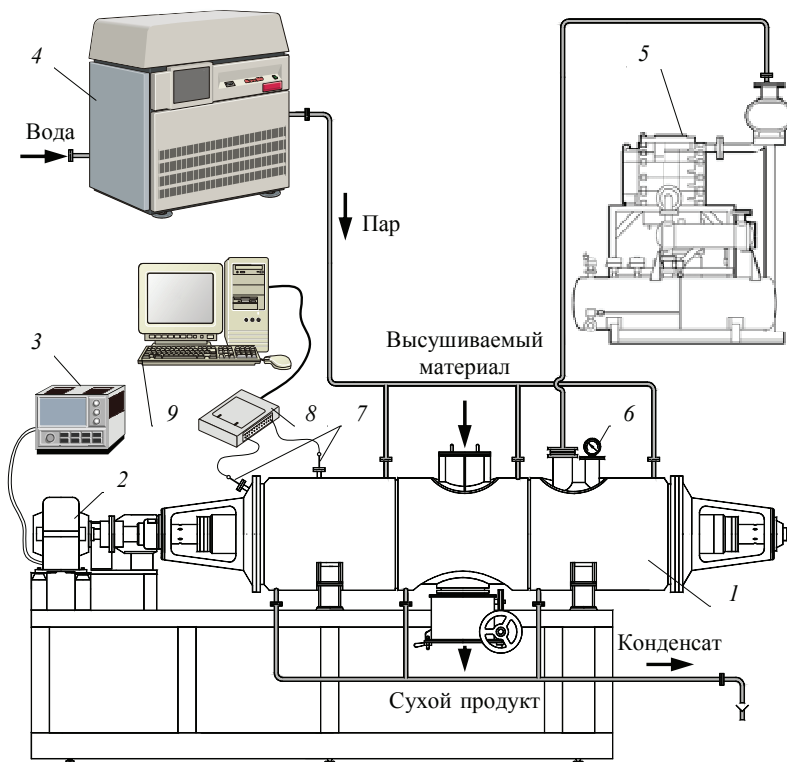


Рис. 2. Схема экспериментальной установки: 1 – лабораторная вакуум-гребковая сушилка; 2 – привод сушилки; 3 – преобразователь частоты Mitsubishi FR-S540E-2,2K-EC; 4 – парогенератор ПЭЭ-50; 5 – модульная вакуумная установка Solstar; 6 – манометр; 7 – термопары; 8 – внешний корпус аналого-цифрового преобразователя (АЦП) и цифро-аналогового преобразователя (ЦАП) с клеммной колодкой; 9 – персональный компьютер с платой АЦП-ЦАП

Реверсирование мешалки производится через систему управления. Мешалка приводится во вращение от индивидуального привода 2, состоящего из электродвигателя и редуктора. Регулирование частоты вращения мешалки обеспечивается преобразователем частоты Mitsubishi FR-S540E-2,2K-EC 3. Разрежение в сушилке создается модульной вакуумной установкой Solstar 5 на базе вакуум-насоса DP 250, способной обеспечить предельное остаточное давление не более 80 Па. Давление в сушилке контролируется манометром 6. В качестве теплоносителя используется водяной пар при температуре 100 °С, вырабатываемый парогенератором 4. Контроль и регистрация температуры теплоносителя в рубашке обеспечивается при помощи термодатчиков 7, подключенных к АЦП – устройству, преобразующему входной аналоговый сигнал в дискретный код (цифровой сигнал). Термодатчики подключаются к АЦП через клеммную колодку, встроенную во внешний корпус 8. Модуль АЦП-ЦАП установлен непосредственно в системный блок компьютера 9 на шине PCI.

В качестве исходного материала использовалась паста полупродукта, отжатая на фильтр-прессе, с начальной влажностью 30 %. Температура сушки варьировалась в диапазоне от 70 до 90 °С.

Как показывает анализ экспериментальных данных (рис. 3, а), сушка под вакуумом в неподвижном слое проходит в первом периоде. При рабочей температуре в сушильном шкафу 90 °С достигаемая концентрация целевого продукта составляет не менее 94 %.

В ходе исследований обнаружено влияние примесей (преимущественно сульфатов калия и натрия) на кинетику процесса сушки. Снижение содержания этих примесей в исходной пасте для И-кислоты с 17,4 до 5,7 % позволяет сократить длительность процесса на 27 %; аналогично для Гамма-кислоты – на 30 %. Причина этого кроется в характере связи влаги с материалом. Часть растворителя молекулярно связана с сульфатами и серной кислотой, присутствующими в пасте. Ее удаление требует значительно больших затрат энергии и времени.

При одних и тех же технологических параметрах (рабочая температура и давление) интенсивность съема влаги в ВГС (рис. 3, б) меньше, более чем в 2 раза, причем требуемая влажность продукта $\approx 1,0$ % так и не достигается. Это связано с тем, что в процессе сушки при перемешивании материал окатывается и образуются плотные агломераты размером до 25 мм (рис. 4); поверхностная влага

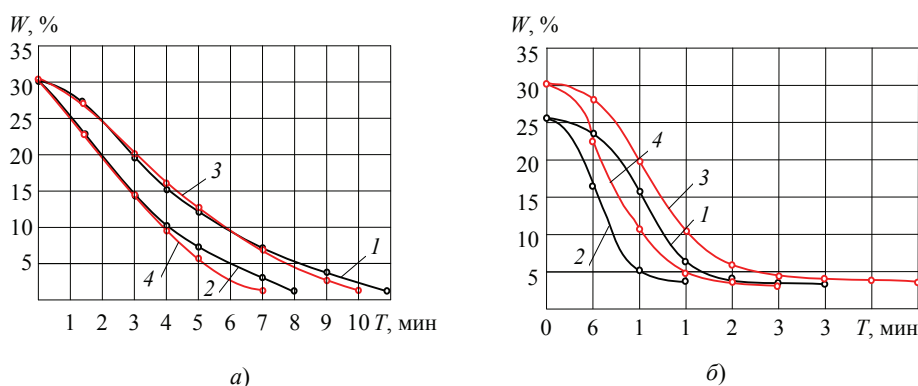


Рис. 3. Кинетические характеристики процесса сушки ПОК при температуре 90 °С: а – под вакуумом в неподвижном слое; б – в вакуум-гребковой сушилке; 1 – И-кислота с содержанием примесей 17,4 %; 2 – И-кислота с содержанием примесей 5,7 %; 3 – Гамма-кислота с содержанием примесей 19,1 %; 4 – Гамма-кислота с содержанием примесей 5,3 %

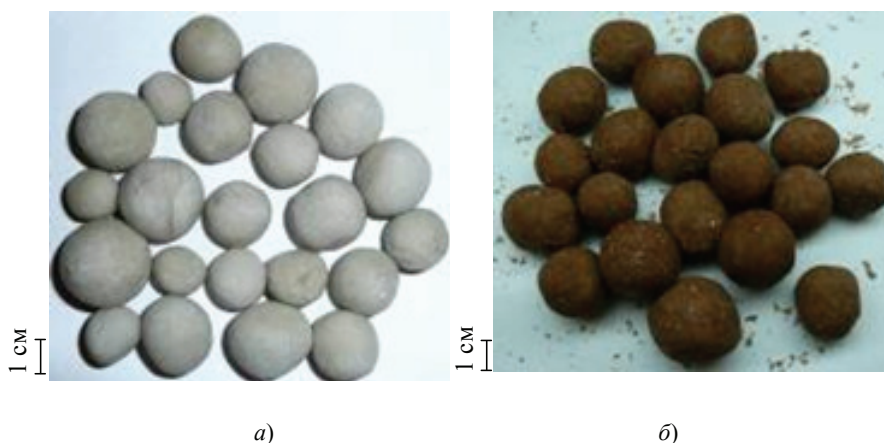


Рис. 4. Фотоизображение агломератов: *а* – Гамма-кислоты; *б* – И-кислоты

удаляется, однако, при этом образуется еще более прочная, почти непроницаемая оболочка, препятствующая диффузии влаги из внутренних слоев. Таким образом, сушка протекает с постоянным увеличением толщины оболочки и соответствующим ей уменьшением скорости процесса. Для предотвращения комкования в ВГС помещались керамические шары. Однако это привело к интенсификации процесса агломерирования, в котором мелющие тела играли роль центров гранулирования.

При рабочей температуре 90 °С достигаемая концентрация целевого продукта составляет для Гамма-кислоты 91,8 %, для И-кислоты – 91,3 %. Выход со стадии сушки для Гамма-кислоты 92 %, для И-кислоты – 93 %.

Существенного влияния скорости вращения мешалки на кинетику процесса сушки не обнаружено.

Сушка парафенилендиамина в ВГС осуществлялась при температуре теплоносителя в рубашке 45...50 °С; в качестве исходного материала использовалась паста с концентрацией 60...65 %. Длительность процесса составила 96 ч. При этом максимальная концентрация целевого продукта на выходе не превысила 92 %, в то время как требуемая концентрация продукта должна составлять не менее 99,5 %.

Полученные кинетические характеристики позволяют утверждать, что метод термической вакуумной сушки для обезвоживания пастообразных ПОК производных нафталина и бензола малоэффективен из-за комкования продукта, низкой интенсивности, потери целевого вещества вследствие термического разложения и высокого конечного влагосодержания.

С учетом вышесказанного можно сделать вывод, что для термического обезвоживания указанных ПОК целесообразно использовать метод сушки с интенсивным удалением влаги до заданной конечной влажности. При этом технологические режимы процесса сушки должны обеспечивать сохранение 100%-й массы целевого вещества, исключая различного вида деструкцию или минимизируя ее результат. Реализовать данный подход возможно в аппаратах с активным гидродинамическим режимом. В частности, в пневматической сушилке или сушилке с кипящим слоем.

Для подтверждения данного предположения были проведены экспериментальные исследования: ПОК производных нафталина подверглись сушке на лабораторной модели пневматической сушилки, ПОК производных бензола – кипящего слоя. Лабораторные модели сушилок изготовлены и смонтированы на кафедре «Химические технологии органических веществ» ГОУ ВПО «ТГТУ».

Длительность процесса сушки до заданной конечной влажности (0,5 % и менее) в режиме пневмотранспорта при температуре сушильного агента 80 °С составила для Гамма-кислоты 390 с, для И-кислоты – 300 с; в кипящем слое при температуре 25 °С – 30 мин.

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы: способ сушки под вакуумом для обезвоживания пастообразных ПОК производных нафталина и бензола до заданной конечной влажности и концентрации целевого вещества неприменим из-за комкования высушиваемого материала и низкой интенсивности процесса обезвоживания; для этих целей предлагается использовать способ сушки с интенсивным удалением влаги в аппаратах с активным гидродинамическим режимом; эффективность протекания процессов термического обезвоживания ПОК находится в прямой зависимости от степени их чистоты из-за изменения характера связи влаги с высушиваемым материалом, в связи с чем необходимо формировать требования к организации предварительной стадии очистки целевого вещества.

Список литературы

1. Анализ и совершенствование технологии пара-фенилдиамин / А.И. Леонтьева [и др.] // Химич. пром-сть. – 1999. – № 7. – С. 3–6.
2. Нестерова, Т.Н. Критические температуры и давления органических соединений. Анализ состояния базы данных и развитие методов прогнозирования / Т.Н. Нестерова, И.А. Нестеров. – Самара : Самар. науч. центр РАН, 2009. – 580 с.
3. Брянкин, К.В. Термостабильность полупродуктов органических красителей – фактор, определяющий выбор аппаратного оформления стадии сушки / К.В. Брянкин, Д.О. Толмачев, А.Ю. Орлов, Е.В. Брыкина // Теоретические и экспериментальные основы создания новых высокоэффективных процессов и оборудования: тр. VII междунар. науч. конф., Иваново, 2005 г. / Иванов. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2005. – С. 140–145.
4. О возможностях повышения эффективности процесса сушки пастообразных полупродуктов органических красителей / А.И. Леонтьева [и др.] // Журн. приклад. химии. – 2000. – Т. 73, № 3. – С. 456–458.

Research into Drying of Half-Finished Products of Organic Pigments under Suction

A.I. Leontyeva, K.V. Bryankin, A.A. Degtyarev

*Department “Chemical Technologies of Organic Substances”,
TSTU; nach_umu@nnn.tstu.ru*

Key words and phrases: vacuum rowing dryer; pellet formation; critical temperature; half-finished products of organic pigments; thermolabile characteristics.

Abstract: The paper presents the results into the research of kinetic characteristics of drying under suction in the fixed bed in mixing mode. The influence of foreign substances on the intensity of dehydration process has been estimated. The recommendations on the choice of drying technique for pastelike half-finished organic pigments of naphthalene and benzol derivatives possessing thermolabile characteristics have been given.

Untersuchung des Trockenprozesses der Halberzeugnisse der organischen Farbstoffe unter dem Vakuum

Zusammenfassung: Es sind die Ergebnisse der Untersuchungen der kinetischen Charakteristiken des Trockenprozesses unter dem Vakuum in der unbeweglichen Schicht und bei der Aufmischung vorgelegt. Es ist die Einwirkung der Nebenbeimischungen auf die Intensität des Prozesses der Entwässerung eingeschätzt. Es sind die Empfehlungen für die Auswahl der Trockenmethode der breiartigen Halberzeugnisse der organischen Farbstoffe von Naphtalin und Benzol, die die thermolabilen Charakteristiken haben, angegeben.

Etude du processus du séchage des semi-produits des colorants organiques sous le vide

Résumé: Sont présentés les résultats des études des caractéristiques cinétiques du processus du séchage sous le vide dans une couche immobile et dans le régime du mélange. Est évaluée l'influence des additions accessoires sur l'intensification du processus de la déshydratation. Sont données les recommandations sur le choix de la méthode du séchage des semi-produits pâteux des colorants organiques dérivés de la naphtaline et du benzol possédant des caractéristiques thermolabiles.

Авторы: *Леонтьева Альбина Ивановна* – доктор технических наук, профессор, заведующая кафедрой «Химические технологии органических веществ»; *Брянкин Константин Вячеславович* – кандидат технических наук, доцент, профессор кафедры «Химические технологии органических веществ»; *Дегтярев Андрей Александрович* – аспирант кафедры «Химические технологии органических веществ», ГОУ ВПО «ТГТУ».

Рецензент: *Гатапова Наталья Цибиковна* – доктор технических наук, профессор, заведующая кафедрой «Химическая инженерия», ГОУ ВПО «ТГТУ».
