

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Институт химии и энергетики

(наименование института полностью)

Кафедра «Химическая технология и ресурсосбережение»

(наименование)

18.03.01 Химическая технология

(код и наименование направления подготовки, специальности)

Химическая технология органических и неорганических веществ

(направленность (профиль) / специализация)

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА (БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА)

на тему Модернизация реакторного блока производства фосфатирующих концентратов

Студент

С.М. Бурхацкий

(И.О. Фамилия)

(личная подпись)

Руководитель

Ю.В. Чариков

(ученая степень, звание, И.О. Фамилия)

Тольятти 2021

Аннотация

Бакалаврскую работу выполнил: Бурхацкий С.М.

Тема бакалаврской работы: Модернизация реакторного блока производства фосфатирующих концентратов

Научный руководитель: Чариков Ю.В.

Бакалаврская работа изложена на 51 листе, включает 8 таблиц, 10 рисунков, использовано 37 источников литературы.

Цель работы – повышение производительности реакторного блока производства

Актуальность данной темы обусловлена стремительным развитием индустрии синтеза фосфатирующих концентратов и несовершенством применяемых для производства технологических процессов

Выпускная квалификационная работа состоит из введения, трех разделов, заключения и списка используемой литературы и используемых источников.

Во введении обоснована актуальность выбранной темы, сформулирована цель и поставлены задачи работы.

В первом разделе проведен обзор применяемых технологий защиты от коррозии при помощи создания пленок оксидов и фосфатов, для которых применяются фосфатные концентраты.

Во втором разделе описана технология изготовления концентратов, применяемая на предприятии, приведен материальный баланс процесса.

Третий раздел посвящен экспериментальным исследованиям процесса получения фосфатирующего концентрата, выявлены связь содержания взвешенных частиц в конечном продукте с организацией процесса, предложено и обосновано техническое решение по снижению выхода взвешенных частиц в продуктах процесса синтеза.

В заключении приведены выводы о проделанной работе.

Содержание

Введение.....	4
1 Технологии защиты металлических изделий от коррозии с помощью покрытий.....	5
1.1 Оксидирование.....	5
1.2 Пассивирование.....	7
1.3 Анодирование.....	7
1.4 Фосфатирование.....	9
2 Технология изготовления фосфатирующего концентрата.....	13
2.1 Характеристика и состав изготавливаемого фосфатирующего концентрата КФ-15.....	13
2.2 Прием и хранения сырья.....	14
2.3 Технологический процесс изготовления концентратов фосфатирующих КФ-15.....	17
2.4 Технологическая схема и перечень оборудования.....	23
2.5 Материальный баланс производства.....	24
3 Экспериментальная часть.....	26
3.1 Моделирование основного технологического процесса.....	26
3.2 Выбор способа оптимизации процесса.....	28
3.3 Технические предложения по модернизации и их обоснование.....	41
Заключение.....	46
Список используемой литературы и используемых источников.....	47

Введение

Коррозия металла является причиной огромных убытков ежегодно во всех отраслях промышленности. Причиной размеров ущерба является высокая стоимость изделий, производимых из металла, а не разрушение металла как такового. Помимо прямых потерь связанных с выходом изделий из строя, коррозия ведет к косвенным потерям, таким как затраты на мероприятия по защите от нее, затраты из-за простоев оборудования при ремонте, утечки опасных веществ в окружающую среду и многие другие. Поэтому борьба с коррозией является важной технической задачей.

Одним из основных методов борьбы с коррозией является создание на поверхности изделий пленок с особыми свойствами, препятствующими или сильно замедляющим коррозионные процессы. Для создания таких покрытий в частности применяются фосфатирующие концентраты.

ООО «Производственная компания ЭКОХИМ» организована в 1997 году. Основным видом деятельности является производство и поставка материалов для подготовки поверхности перед окраской (фосфатирующие, моющие составы). Компания производит на территории Российской Федерации продукцию для подготовки поверхностей металлов, алюминия, пластика. Технология изготовления концентратов достаточно проста, но вместе с тем имеет потенциал для совершенствования

Цель работы – повышение производительности реакторного блока производства

Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

- изучить технологию изготовления фосфатного концентрата;
- выявить возможности повышения эффективности процесса;
- предложить и обосновать техническое решение, позволяющее повысить производительность реакторного блока.

1 Технологии защиты металлических изделий от коррозии с помощью покрытий

Для защиты металлических изделий от воздействия коррозии применяются различные технологии. Выбор конкретной технологии зависит от условий эксплуатации, стоимости, конструктивных особенностей изделия. Значительную часть изделий защищают от коррозии при помощи применения различных покрытий поверхностного слоя. Наиболее распространённые технологии:

- защита фосфатными и оксидными пленками (оксидирование, анодирование, фосфатирование, пассивирование)
- гальванические покрытия (цинкование, кадмирование, никелирование, свинцование, хромирование)
- жаростойкие покрытия (термодиффузионные, горячий метод, металлизация)
- лакокрасочные покрытия

Так как объектом исследования является предприятие, выпускающее фосфатирующие концентраты, остановимся на рассмотрении первой группы покрытий [6].

1.1 Оксидирование

«Большинство металлов в атмосферных условиях покрыты оксидными пленками. Однако эти пленки не всегда обеспечивают защиту от коррозии. Методами химической и электрохимической обработки можно создать на поверхности фосфатные или оксидные покрытия, которые обладают высокой адсорбционной способностью, электроизоляционными свойствами, повышенной твердостью и износостойкостью.

Оксидирование — это процесс образования оксидных пленок на поверхности металлических изделий.

Современный метод оксидирования — химическая и электрохимическая обработка деталей в щелочных растворах.

Электрохимическое оксидирование ведут в растворе 4 %-го едкого натра при 65-120 °С и анодной плотности тока от 2,5 до 10 А/дм². Продолжительность анодной обработки не превышает 60 минут. Оксидирование черных металлов носит также название воронения.

Его осуществляют в растворе состава (г/л): NaOH — 600-700; NaNO₂ — 200-250; NaNO₃ — 50-100. Температура — 135-145 °С, время 30-90 мин. В процессе происходит растворение железа с образованием соединений Na₂FeO₂ и Na₂Fe₂O₄, из которых образуется поверхностная пленка оксида железа.

Оксидная пленка на малоуглеродистой стали имеет глубокий черный цвет, а на высокоуглеродистых сталях — черный с сероватым оттенком.

Для повышения антикоррозионных свойств оксидированное изделие погружают на 2-3 мин в горячий 2-3 %-й раствор мыла, а затем на 5-10 мин в минеральное трансформаторное или машинное масло при температуре 105-120 °С.

После этой операции поверхность покрытия становится блестящей, с равномерной черной окраской [5].

Возможно оксидирование и магниевых сплавов — в хромовокислых электролитах с последующим нанесением лакокрасочных покрытий. Толщина оксидных пленок составляет 0,8-1,5 мкм.

Противокоррозионные свойства поверхностной пленки оксидов невысоки, поэтому область применения этого метода ограничена. Основное назначение его — декоративная отделка.

Почти все стрелковое оружие и ряд точных приборов подвергают воронению, в результате чего изделия приобретают красивый черный цвет. Воронение используют и в том случае, когда необходимо сохранить исходные размеры изделия, так как оксидная пленка составляет всего 1,0-1,5 микрона.

1.2 Пассивирование

«Для защиты от коррозии применяют метод пассивирования — обработка металла в растворах хроматов или нитратов. Для пассивирования оцинкованных изделий применяю раствор: 8-10мл/л H_2SO_4 и $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$ — 200 г/л. Время обработки 5- 30 с. От времени обработки зависит окраска пленки. При выдержке 5 с. цвет пленки радужный с зеленоватым оттенком, а масса пленки составляет 0,9-1,2 г/м². При дальнейшем увеличении времени цвет меняется от желтого до коричневого.

Для пассивирования алюминия используют раствор бихромата калия 800 г/л) и 2 мл/л HF. Пассивация меди в хроматных растворах дает особенно хорошие результаты при защите изделий, соприкасающихся с парами SO_2 и растворами нейтральных солей. Стальные детали можно обрабатывать в 60-90 %-м растворе нитрита натрия. В результате они не ржавеют в течение двух лет» [11].

1.3 Анодирование

«Анодирование — это процесс образования оксидных пленок на поверхности алюминия. В обычных условиях на поверхности алюминия присутствует тонкая пленка оксидов Al_2O_3 или $Al_2O_3 \cdot nH_2O$, которая не может защитить его от коррозии. Под воздействием окружающей среды алюминий покрывается слоем рыхлых белых продуктов коррозии. Процесс искусственного образования толстых оксидных пленок может быть проведен химическим и электрохимическим способами.

Пленки, образующиеся при анодной обработке алюминия, обладают достаточной толщиной и рядом ценных свойств. Они защищают металл от коррозии и являются хорошим подслоем под лакокрасочные покрытия. Анодные пленки на алюминии обладают большим сопротивлением к истиранию, имеют высокое омическое сопротивление и хорошо

окрашиваются, что позволяет придать изделиям из анодированного алюминия красивый вид.

Для анодного окисления используют два типа электролитов. В растворах слабых кислот (борная, винная, лимонная) и их солей оксидная пленка не растворяется. В этом случае получают беспористые, плотные, не проводящие электрический ток покрытия толщиной до 1 мкм. Такие пленки используют в качестве электроизоляционных покрытий в производстве конденсаторов.

Электролиты второго типа содержат растворы серной, хромовой и щавелевой кислот, в которых происходит частичное растворение оксидной пленки алюминия. В этих электролитах получают пористые пленки толщиной от 1 до 50 мкм.

На практике анодирование алюминия и его сплавов проводят в растворах серной кислоты концентрацией 180-200 г/л, хромового ангидрида 6%-го и щавелевой кислоты 10%-й с плотностью тока 80-200 А/м², при напряжении до 24 В в течение 15-60 мин. Катоды выполняются из свинца или стали марки 12Х18Н9Т. Для повышения защитных свойств изделие после оксидирования обрабатывают паром или горячей водой и далее в горячих растворах хроматов и бихроматов. При обработке паром в порах пленки образуется гидроксид алюминия, а в хромовых растворах - более стойкие соединения типа $(AlO)_2CrO_4$.

Оксид образуется на поверхности алюминия в результате анодного окисления. Он состоит из двух слоев: плотного барьерного слоя толщиной 0,01-0,1 мкм, расположенного непосредственно на поверхности металла, и внешнего пористого слоя толщиной до 200-400 мкм.

Химическое оксидирование алюминия и его сплавов осуществляют в щелочных хромистых растворах состава (г/л): Na_2CrO_4 — 15; $NaOH$ — 2,5 и Na_2CO_3 — 50. Образуются пленки толщиной 3-4 мкм с невысокими механическими и диэлектрическими свойствами. Процесс простой, быстрый и не требует специального оборудования» [10].

1.4 Фосфатирование

Фосфатирование является одним из ключевых методов подготовки поверхности металлов перед окраской. Осуществляется в кислотных растворах на базе ортофосфорной кислоты и металлов цинка, никеля и марганца [37].

При контакте фосфатирующего раствора с поверхностью металла протекают химические реакции, в результате которых образуются сростшиеся с металлом мелкие кристаллы солей ортофосфорной кислоты, то есть кристаллы фосфатов не просто выпадают из раствора на поверхность металла, а они вырастают, химически связываясь с металлографической решеткой металла [3].

Фосфатное покрытие – это кристаллическое конверсионное покрытие, образуется на поверхности металла в процессе химических реакций между катионами металла, анионами минеральных кислот, которые содержатся в рабочем фосфатирующем растворе. Оно должно быть мелкокристаллическим, состоять из большого числа кристаллов однородных по величине с плотной упаковкой, равномерно распределенных по поверхности металла, с толщиной слоя 1,5 – 4 мкм [22].

Процесс формирования кристаллов фосфатного покрытия базируется на основной реакции травления, протекающей на металлической поверхности при ее контакте с рабочим раствором, в противоположность традиционным гальваническим процессам, когда электрический ток способствует образованию покрытия [26]. Внешний вид пленки покрытия приведен на рисунке 1.

Рабочий фосфатирующий раствор готовится из концентратов, в которых в качестве кислот обычно применяются минеральные кислоты, а именно азотная и фосфорная. В качестве катионов металлов (их называют слоеобразующими катионами) в начале использовался только цинк, далее в процессе развития технологий окраски, а именно при внедрении окраски

методом катодного электроосаждения (катафорез) - к цинку добавился никель (двухкатионные растворы).

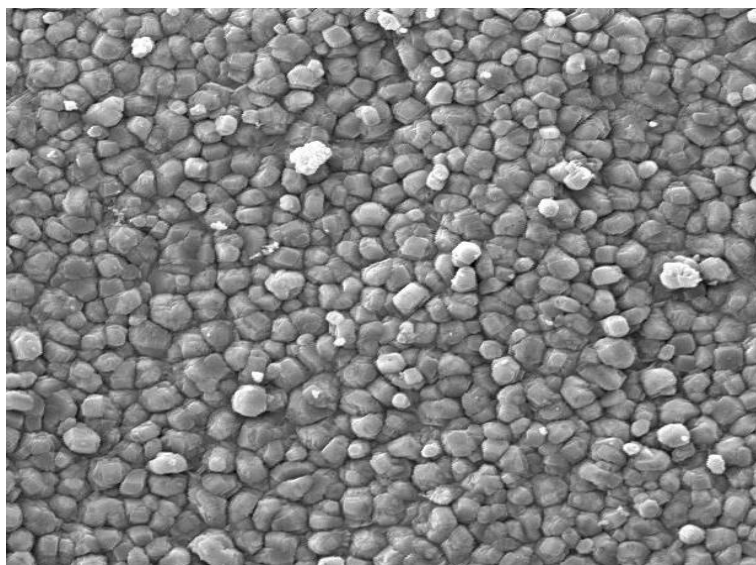


Рисунок 1 – Морфология фосфатного покрытия

При введении в конструкцию кузова оцинкованной стали добавился еще один катион – марганец (Zn-Ni-Mn трикатионный процесс) [33]. Ортофосфорная кислота H_3PO_4 является трехосновной кислотой, т.е. она содержит три замещаемых атома водорода, что обуславливает образование трех типов солей. Соли одно- и двухвалентных металлов описываются формулами (таблица 1):

Таблица 1 – Формулы солей металлов

Первичные соли	Вторичные соли	Третичные соли
MeH_2PO_4	Me_2HPO_4	Me_3PO_4
$Me(H_2PO_4)_2$	$MeHPO_4$	$Me_3(PO_4)_2$

Рабочие фосфатирующие растворы, которые готовятся разведением концентрата в деминерализованной воде представляют собой разбавленные

растворы первичных фосфатов металлов, концентрация которых составляет несколько десятков грамм в литре. Такое разбавление необходимо для облегчения диссоциации солей на ионы, что является важным для оптимальной работы фосфатирующего раствора [34].

Исходный фосфатирующий раствор содержит, как правило, следующие компоненты:

- Однозамещенный фосфат металла $Me(H_2PO_4)_2$;
- Свободную фосфорную кислоту;
- Ускоритель.

Первичные фосфаты металлов растворимы в воде, вторичные и третичные нерастворимы в воде, но растворимы в минеральных кислотах. Это положение лежит в основе реакций, протекающих при фосфатировании [1].

Образование фосфатного покрытия представляет собой совокупность физико-химических процессов, протекающих на границе раздела металл — раствор, которые в общем виде могут быть представлены равновесием, данные по которому приведены в таблице 2:

Таблица 2 – Равновесие фосфатов

первичный фосфат	третичный фосфат
растворимый	нерастворимый

Процесс фосфатирования прежде всего является электрохимическим процессом (без внешнего электрического тока), то есть возникает две зоны поляризации: анодная, где происходит растворение металла и катодная, где происходит разряд ионов водорода, образовавшихся при травлении. В идеальном случае, если металл совершенно однороден по всей поверхности, можно считать, что эти зоны поляризации будут находиться в состоянии постоянного изменения, так что катодная зона будет следовать сразу же за анодной и наоборот. На практике дело обстоит не так, поскольку металл имеет

гетерогенную поверхность, на которой возникает какая-то предпочтительная полярность. Существует тесная зависимость скорости образования кристаллического поверхностного слоя от интенсивности анодной поляризации поверхности металла [30].

Общую схему процесса формирования фосфатного слоя, происходящего на границе металл-раствор (приэлектродный слой) можно представить так [29]:

- травление металла $\text{Fe}^0 + \text{H}^+ \rightarrow 2\text{e}^- \text{Fe}^{2+}$;
- повышение величины pH в прианодной зоне;
- пересыщение слоя раствора слое образующими ионами - установление на металлической поверхности гидролитического равновесия ионов, образующих фосфатный слой;
- образование зародышей кристаллов на поверхности металла;
- рост кристаллов фосфата при одновременном уменьшении пересыщения раствора ионами в анодной зоне;
- окисление $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$;
- выпадение имеющихся в ванне ионов Fe^{3+} в осадок в виде фосфата FePO_4 (шлам);
- прекращение процесса слоеобразования при практически полном покрытии поверхности фосфатным слоем [31].

Выводы по разделу:

- Фосфатирование является перспективным методом подготовки поверхности металлов перед окраской, отличающимся низкими затратами на организацию процесса и высоким качеством создаваемой пленки как средства антикоррозийной защиты
- Фосфатирующий концентрат состоит из неорганических веществ, и технология его производства отличается простотой
- Процесс фосфатирования имеет электрохимическую природу, но не требует применения электрического тока для формирования покрытия

2 Технология изготовления фосфатирующего концентрата

2.1 Характеристика и состав изготавливаемого фосфатирующего концентрата КФ-15

Способ получения фосфатирующего концентрата КФ-15 основывается на смешении воды, ортофосфорной кислоты с цинковыми белилами, никелем (II) азотнокислым, марганцем (II) азотнокислым, натром едким, техническим. Основанный на периодическом методе производства [31].

Концентрат фосфатирующий представляют собой жидкость зеленого цвета, хорошо растворимая в воде. Температура замерзания приблизительно - 35°C, не горюч, не взрывоопасен, токсичен. При попадании на тело и в глаза вызывает химические ожоги [2].

КФ-15 концентрат фосфатирующий предназначен для фосфатирования стали и предварительно покрытых сталей (горячеоцинкованной и электрооцинкованной) методом окунания перед окраской катодным и анодным электроосаждением, служит для приготовления рабочего фосфатирующего раствора [31].

Исходным сырьем для получения фосфатирующего концентрата КФ-15 являются следующие вещества:

- цинковые белила, ZnO – рыхлый порошок, слегка желтоватого цвета, нерастворимый в воде, хорошо растворимы в кислотах с образованием солей и в избытке щелочей и аммиака – с образованием цинкатов.

- никель (II) азотнокислый, $Ni(NO_3)_2$ – представляет собой кристаллы изумрудно-зеленого цвета, слегка выветривающиеся в сухом и быстро расплывающиеся во влажном воздухе.

- марганец (II) азотнокислый, $Mn(NO_3)_2$ – слабозеленые игольчатые кристаллы, легко растворимые в воде и спирте. При 160-200°C разлагается с образованием MnO_2 . При температуре больше 24°C плавится, превращается в вязкую жидкость,

- натр едкий, технический, NaOH – представляет собой чешуируемую массу белого цвета. Допускается слабая окраска.

ортофосфорная кислота, H_3PO_4 – бесцветная или желтоватая сиропообразная жидкость. Смешивается с водой в любых соотношениях, является водоотнимающим средством. Температура замерзания растворов ортофосфорной кислоты зависит от концентрации:

- вода умягченная или хозпитьевая из водопроводной сети.

Получаемый продукт должен отвечать требованиям технических условий [25].

2.2 Прием и хранения сырья

При поступлении сырья в производство проводят входной контроль качественных показателей на соответствие требованиям нормативной документации по показателям технологического регламента.

Пуск сырья в производство осуществляется с разрешения мастера с учетом требований, изложенных в регламенте и при наличии положительного заключения лаборатории входного контроля о соответствии качественных показателей требованиям нормативной документации.

При наличии отклонений от требований качества, использование сырья в производстве осуществляется по письменному разрешению заместителя директора по закупкам.

Перед загрузкой сырья в реактор, качество сырья контролируется аппаратчиком органолептически (цвет, чистота, внешний вид, запах) с записью результатов контроля в технологическую карту под роспись.

Ортофосфорная кислота на завод поступает в железнодорожной цистерне. Из цистерны мембранным насосом поз. 304 ортофосфорную кислоту перекачивают в прицеховые ёмкости поз.2603, поз.383-8.

При аварийном состоянии ёмкостей поз. 2603, поз.383-8 ортофосфорная кислота перекачивается насосом поз. 45б, 45в в аварийную ёмкость поз. 2604 или другое свободное оборудование.

Ёмкость поз. 2603 оснащена сигнализатором уровня ИСУ 100 АИ. В процессе закачки ортофосфорной кислоты из ж/д цистерны в ёмкость поз. 2603 при достижении предупредительного значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту), а при достижении предельно допустимого значения уровня (90%) отключается электромагнитный клапан на рампе и прекращается подача сжатого воздуха на мембранный насос поз. 304.

Ёмкости поз. 383-8 оснащены сигнализаторами уровня СУ 115Р. В процессе закачки ортофосфорной кислоты из ж/д цистерны в ёмкости поз. 383-8 при достижении предельно допустимого значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту) и отключается электромагнитный клапан на рампе, прекращается подача сжатого воздуха на мембранный насос поз. 304.

Ёмкость поз. 2604 аварийного слива кислоты оснащена сигнализатором уровня ИСУ 100АИ. При достижении предупредительного значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту), а при достижении предельно допустимого значения уровня (90%) отключается электромагнитный клапан на рампе и прекращается подача сжатого воздуха на мембранный насос поз. 304.

Азотная кислота на завод поступает в железнодорожной цистерне. Из цистерны азотную кислоту перекачивают сжатым воздухом (давление сжатого воздуха не более 2 кг/см²) в прицевую ёмкость поз.303 и затем насосом поз. 302 перекачивают в ёмкость поз.307.

При аварийном состоянии ёмкостей поз. 303, поз.307 азотная кислота перекачивается насосом поз. 302, поз.3081 в аварийную ёмкость поз. 2604 или в свободные реакторы и свободные ёмкости.

Ёмкость поз.303 оснащена сигнализатором уровня типа СУ-200 «И».

При достижении предупредительного значения уровня (80 %) поступающей кислоты в емкость поз. 303 из ж/д цистерны, сигнал с датчика уровня поступает на вторичный преобразователь, в результате чего срабатывает промежуточное реле и своими контактами включает сигнальную лампу и звуковую сигнализацию (по месту).

Ёмкость поз.307 оснащена трубчатым измерителем уровня и вибрационным датчиком предельного уровня Liquiphant M FTL51. Принцип работы вибрационного датчика предельного уровня основан на срабатывании датчика в момент изменения частоты колебаний вилки, которые происходят с определённой резонансной частотой, возбуждаемой пьезоэлектрическим устройством, при появлении жидкости между пластинами. Электроника отслеживает резонансную частоту колебаний и определяет, колеблется вилка свободно или погружена в жидкость. Сигнал, генерируемый в момент срабатывания, преобразуется в выходной сигнал.

При достижении предельно допустимого значения уровня (80 %) поступающей кислоты в емкость поз. 307 из поз.303 включается светозвуковая сигнализация (по месту) и отключается эл. двигатель насоса поз. 302, закачка кислоты прекращается.

Азотная кислота для производства продуктов из емкости поз.307 перекачивается насосом поз. 3081 в мерник поз. 141. Мерник поз.141 снабжён трубчатым измерителем уровня и вибрационным датчиком предельного уровня Liquiphant M FTL51.

При достижении предельно допустимого значения уровня (80 %) поступающей кислоты в мерник поз. 141 из поз. 307 включается светозвуковая сигнализация (по месту) и отключается эл. двигатель насоса поз. 3081.

Твердое сырье - цинковые белила, никель азотнокислый б-водный, соду кальцинированную, железо хлорное б-водное, с заводского склада на участок доставляют на поддонах в мешках, погрузчиком, а кислота фтористоводородная - в полиэтиленовой таре [31].

2.3 Технологический процесс изготовления концентратов фосфатирующих КФ-15

Технологический процесс изготовления концентратов фосфатирующих состоит из следующих стадий:

- Изготовление концентратов фосфатирующих;
- Фильтрация и фасовка.

Изготовление концентратов фосфатирующих КФ-15 осуществляют в реакторе поз.1432.

Перед загрузкой сырья в реактор внешним осмотром проверяют исправность контрольно-измерительных приборов, чистоту и исправность реактора поз.1432, закрытие сливного узла, исправность местной вытяжки поз 41.

Ортофосфорную кислоту на производство концентратов насосом поз.45в, 45б из ёмкостей поз. 2603, 383-8 перекачивают в мерник поз. 105. Контроль заполнения мерника осуществляют визуально по мерному стеклу. Мерник поз. 105 оснащен трубчатым измерителем уровня и вибрационным датчиком предельного уровня Liquiphant M FTL51. При достижении предельно допустимого значения уровня кислоты (80%) включается светозвуковая сигнализация по месту установки и срабатывает блокировка по отключению электродвигателя насоса поз. 45в, поз. 45б (0.000 отметка у емкостей 383-8).

Для исключения наполнения мерников до предельного уровня, предусмотрено дистанционное отключение насосов поз. 45б, 45в кнопкой, находящейся (по месту) на 12.000 отметке.

Для предотвращения набора кислоты до предельного уровня предусмотрено дистанционное отключение насоса поз. 3081 (по месту) кнопкой у поз.141 на 16.000 отметке.

Перед загрузкой сыпучее сырьё (цинковые белила, никель азотнокислый, соду кальцинированную, железо хлорное), фтористоводородную кислоту в канистре взвешивают на весах поз. 54.

В чистый и исправный реактор поз. 1432 через счётчик загружают расчётное количество воды. Включают местную вентиляцию.

Из мерника поз. 105 загружают расчётный объём ортофосфорной кислоты.

Включают привод мешалки реактора и медленно из мешков загружают расчётное количество цинковых белил. Массу перемешивают в течение 1-2 часов до полного растворения цинковых белил.

При повышении температуры реакционной массы выше 60°C реактор охлаждают пуском воды в рубашку реактора.

Затем из мешков в люк аппарата загружают расчётное количество никеля азотнокислого.

Соду кальцинированную загружают в течение 30-60 минут, не допуская сильного вспенивания реакционной массы.

Затем из мешков в люк аппарата загружают железо хлорное. Кислоту фтористоводородную загружают в люк реактора из канистр вручную.

После загрузки всех компонентов концентрат перемешивают в течение 1-2 часов, определяют полноту растворения сырья визуально, отбирают пробу на анализ для определения соответствия качества концентратов фосфатирующих требованиям ТУ 2332-258-00209711-2010.

При несоответствии готовой продукции требованиям ТУ 2332-258-00209711-2010 проводят корректировку путём добавления в реактор поз. 1432 необходимых компонентов учитывая, что:

- 200 л воды снижает плотность на 0,01 г/дм³;
- 150 л ортофосфорной кислоты повышает содержание P₂O₅ на 1%;
- 40 кг белил цинковых повышает содержание цинка на 0,3%;
- 63 кг никеля азотнокислого повышают содержание никеля на 0,1%.

При соответствии концентратов требованиям качества ТУ 2332-258-00209711-2010 продукт фильтруют в тару на склад или в ёмкость временного хранения поз. 1443.

Фильтр-пресс поз.1462 состоит из набора чередующихся вертикально расположенных плит, рам и фильтрующего материала. Набор плит и рам опирается на две параллельные опорные балки и под действием зажимного электромеханического устройства находится в сжатом состоянии.

Фильтрация происходит под давлением через фильтрующие перегородки (иглопробивное полотно, бельтинг). Из реактора поз.1432 с помощью насоса поз.1454 по каналу через щель в раме концентрат проходит через фильтровальный материал. При этом осадок остается на фильтровальной перегородке в рамном пространстве, а отфильтрованный концентрат по дренажному основанию через носик из каждой плиты стекает на поддон и через лоток по трубопроводу самотеком поступает в тару на склад. Для выгрузки осадка и смены фильтрующего материала зажимным устройством отводят плиту нажимную и при помощи механизма перемещения перемещают плиты и рамы. При необходимости производят замену фильтрующего материала.

Готовые концентраты фасуют из поз. 1443 при помощи насоса поз. 1455 в чистую исправную тару: евро контейнеры или другую кислотостойкую тару. Массу концентрата в таре контролируют при помощи тензосилометров поз.55.

При маркировке транспортной тары с концентратом на этикетку наносят наименование концентрата, «опасно для окружающей среды», дату изготовления, номер партии, предприятие-изготовитель, условия хранения продукта, срок годности продукта.

Гарантийный срок хранения концентратов – 12 месяцев со дня изготовления. Концентраты фосфатирующие хранят при температуре выше 0°C.

Концентраты фосфатирующие, расфасованные в тару, предъявляют на контроль в лабораторию. Результаты испытаний готовой продукции с

заключением о соответствии требованиям НД записываются в технологическую карту. При положительном заключении о качестве, концентраты сдают на склад готовой продукции с паспортом-сертификатом, технологические карты передаются в технологическую службу производства для анализа и хранения.

Ёмкость поз. 2603 оснащена сигнализатором уровня ИСУ 100 АИ. В процессе закачки ортофосфорной кислоты из ж/д цистерны в ёмкость поз. 2603 при достижении предупредительного значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту), а при достижении предельно допустимого значения уровня (90%) отключается электромагнитный клапан на рампе и прекращается подача сжатого воздуха на мембранный насос поз. 304.

Ёмкости поз. 383-8 оснащены сигнализаторами уровня СУ 115Р. В процессе закачки ортофосфорной кислоты из ж/д цистерны в ёмкости поз. 383-8 при достижении предельно допустимого значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту) и отключается электромагнитный клапан на рампе, прекращается подача сжатого воздуха на мембранный насос поз. 304.

Ёмкость поз. 2604 аварийного слива кислоты оснащена сигнализатором уровня ИСУ 100АИ. При достижении предупредительного значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту), а при достижении предельно допустимого значения уровня (90%) отключается электромагнитный клапан на рампе и прекращается подача сжатого воздуха на мембранный насос поз. 304.

Мерник поз. 105 оснащён вибрационным сигнализатором уровня Liquiphant M FTL51. При достижении предельно допустимого значения уровня (80%) включается световая, звуковая сигнализация (по месту) и отключаются насосы поз. 45б, 45в.

Ёмкость поз. 303 оснащена сигнализатором уровня СУ-200 И. При достижении предупредительного значения уровня (80 %) поступающей

азотной кислоты в ёмкость поз. 303 из ж/д цистерны, сигнал с датчика уровня поступает на вторичный преобразователь, в результате чего срабатывает промежуточное реле и своими контактами включает сигнальную лампу и звуковую сигнализацию (по месту).

Ёмкость поз. 307 оснащена вибрационным сигнализатором уровня Liquiphant M FTL51. В процессе закачки азотной кислоты из поз. 303 в ёмкость поз.307 при достижении предельно допустимого значения уровня 80% включается светозвуковая сигнализация по месту установки оборудования и отключается электродвигатель насоса поз. 302.

Мерник поз. 141 оснащен вибрационным сигнализатором уровня Liquiphant M FTL51. При достижении предельно допустимого значения уровня 80% включается светозвуковая сигнализация по месту установки оборудования и отключается электродвигатель насоса поз. 3081.

Помещение хранения азотной кислоты оснащено системой контроля ПДК. Система основана на работе газоанализатора МАГ-6С-П, установленного внутри помещения. При превышении предельной концентрации паров азотной кислоты 2мг/м^3 замыкаются контакты, что вызывает включение светозвуковой сигнализации, уставленной при входе в помещение.

При изготовлении фосфатирующего концентрата КФ-15 необходимо соблюдать следующий порядок загрузки компонентов оператором в реактор: вода умягченная (деминерализованная), цинковые белила, ортофосфорная кислота, никель и марганец азотнокислые, натр едкий, технический. Количество загружаемых компонентов рассчитывают исходя из рецептурного состава концентрата КФ-15 [27].

Умягченную или деминерализованную воду подают в напорный бак, где объемным методом определяют вес. Включают мешалку в реакторе и подают туда воду, далее при интенсивном перемешивании оператор загружает расчетное количество цинковых белил. В полученную суспензию подают ортофосфорную кислоту [27].

Ортофосфорную кислоту насосом из сборника-хранилища подают в бак, установленный на весах. Взвешивают расчетное количество и сливают в реактор для изготовления фосфатирующего концентрата [27].

После растворения цинковых белил в реактор загружают расчетное количество никеля азотнокислого, марганца азотнокислого, натра едкого, технического. Предварительно, данные компоненты взвешивают на технических весах [27].

Для исключения осаждения цинковых белил и забивки сливного штуцера и вентиля в реактор подается воздух через нижний штуцер. Общее количество загружаемых компонентов на одну операцию не должно быть более 4000кг, так как необходимо оставлять запас рабочего объема реактора для доведения реакционной смеси до требуемых показателей (в случае необходимости) [27].

Изготовление фосфатирующего концентрата ведут при температуре не выше 60°C. Если масса в реакторе нагревается выше 60°C, то в рубашку аппарата подают холодную воду [27].

Через 2-2,5 часа после загрузки последнего компонента из реактора отбирают пробу и передают в цеховую лабораторию на анализ.

В случае соответствия анализов требованиям технических условий фосфатирующий концентрат сливают в сборники готовой продукции. При несоответствии требованиям технических условий проводят корректировку концентратов добавлением в реактор необходимых компонентов [2].

Время приготовления одной партии концентрата 6-8 часов [2].

Из сборника готовый продукт КФ-15, удовлетворяющий требованиям технических условий на данный продукт, разливают по техническим ёмкостям, затем отправляют потребителю, предварительно пройдя стадию фильтрации через прессфильтр [27].

2.4 Технологическая схема и перечень оборудования

Технологическая схема производства фосфатирующего концентрата КФ-15 представлена на рисунке 2:

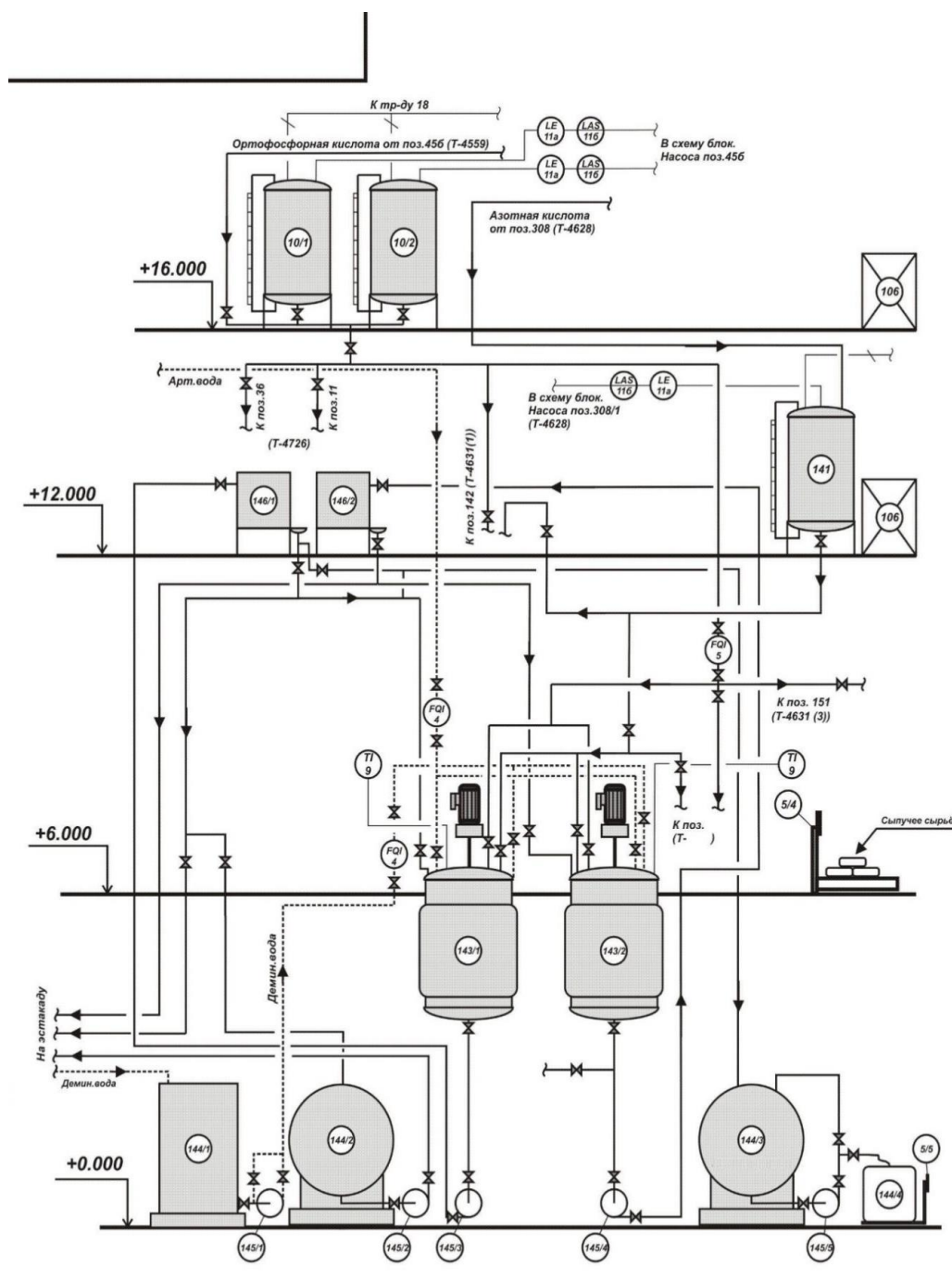


Рисунок 2 - Технологическая схема производства КФ-15

Основное оборудование, применяемое на производстве приведено в таблице 3:

Таблица 3 – Перечень применяемого оборудования

Обозначение	Наименование	Количество, шт
153	Емкость	1
152	Насос НСМ 050	1
151	Смеситель	1
148	Тележка ручная	1
145/1/2/3/4/5	Насос АХЕ 50-32-160	5
144/4	Емкость	1
144/2/3	Емкость	2
144/1	Емкость	1
143/1/2	Реактор	2
146/1/2	Фильтр-пресс РОМ	2
142	Реактор	1
141	Емкость с запорным устройством указателя уровня 12нж13бк5	1
106	Лифт грузовой	1
10/1/2	Емкость с запорным устройством указателя уровня 12нж13бк5	2
5/3	Весовое устройство электр. передвижения	1
5/2	Тензовесовое устройство ТВУ-100	1
3/1	Смеситель	1

2.5 Материальный баланс производства

Расчет материального баланса производится на 1 тонну готового продукта.

Техническими условиями при производстве фосфатирующих концентратов КФ-15 необходимо соблюдать рецептурный состав [2].

При изготовлении и затаривании готовых продуктов механические потери составляют 7,4%. Следовательно, при изготовлении 1 тонны готового продукта необходимо загрузить в реактор сырье с учетом потерь [2].

В таблице 4 представлены данные материального баланса производства фосфатирующего концентрата КФ-15, составленного на основе технологического регламента. Стоит отметить что, эти данные приняты из практического опыта производства. Причины возникновения и состав взвешенных частиц не анализировался.

Таблица 4 – Материальный баланс производства КФ-15

Приход			Расход		
Наименование компонента	Масса, кг	Состав, % масс	Наименование компонента	Масса, кг	Состав, % масс
ZnO	50,0	4,63	Готовый продукт, Концентрат КФ-15	1000	92,59
Ni(NO ₃)	104,2	9,65			
Mn(NO ₃) ₂	60,4	5,59			
H ₃ PO ₄	360,7	33,4	Взвешенные частицы	80	7,41
NaOH	69,3	6,42			
H ₂ O	435,4	40,31			
Итого	1080	100	Итого	1080	100

Взвешенные частицы должны быть извлечены из массы для того чтобы продукт соответствовал заявляемым в технических условиях характеристикам.

Разработка технических решений по снижению количества взвешенных частиц является актуальной задачей для данного производства.

Выводы по разделу:

- Технология получения фосфатных концентратов роста с точки зрения организации, но вместе с тем недостаточно механизирована.

- В готовом продукте присутствуют взвешенные частицы, которые требуется удалять.

3 Экспериментальная часть

Как было выявлено ранее в готовом продукте после проведения реакции присутствуют взвешенные частиц. Наличие которых обуславливает дальнейшую фильтрацию полученного продукта и ведет к материальным потерям, что негативно сказывается на себестоимости продукции. Для того чтобы снизить их количество необходимо провести исследования цель которых доказать саму техническую возможность снижение массы взвешенных частиц.

3.1 Моделирование основного технологического процесса

Для моделирования условий работы основного реактора производства использовалась лабораторная установка, представляющая из себе мешалку с широким диапазон регулирования скоростей. В сосуд загружались компоненты согласно рецептуре и имитировались рабочие условия. Основным параметром был выбран критерий Re , как характеризующий гидродинамический режим движения жидкости в аппарате. Он рассчитывался по следующим образом:

Критерий Рейнольдса

$$Re_{ц0} = \frac{n \cdot d_M^2}{\nu} \quad (1)$$

Для реального процесса

$$Re_{ц0} = \frac{3 \cdot 2^2}{1,26 \cdot 10^{-6}} = 95238$$

Значение кинематической вязкости взято по готовому продукту, диаметр мешалки 2м, частота вращения $3c^{-1}$. Гидродинамический режим –

турбулентный. Согласно теории подобия, исходя из значения критерия Рейнольдса выбирались параметры работы лабораторной мешалки. Диаметр лабораторной мешалки 0,05м. Вязкость раствора принималось такой же вычислялась частота вращения мешалки по известному критерию Рейнольдса.

$$n = \frac{Re_{ц0} \cdot \nu}{d_m^2} \quad (2)$$

$$n = \frac{95238 \cdot 1,26 \cdot 10^{-6}}{0,05^2} = 60$$

Провели серию опытов по получению концентрата КФ-15 в лабораторных условиях. Соотношение сырьевых компонентов принимали таким же как в регламентной рецептуре. Оценивали показатель количества взвешенных частиц. Полученный концентрат фильтровали через предварительно высушенный и взвешенный фильтр. Фильтр подвергшийся фильтрованию высушивали в сушильном шкафу. Разницу масс фильтров до и после фильтрования принимали за массу взвешенных частиц. Результаты приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты лабораторных опытов

№ опыта	Масса раствора, г	Разница масс фильтра, г
1 опыт	1016	69,56
2 опыт	1028	70,16
3 опыт	988	67,15
4 опыт	1034	70,68
5 опыт	996	67,97
6 опыт	1004	68,22
Средние значения	1011	68,96

То есть в лабораторных условиях получен концентрат с содержанием взвешенных частиц.

$$X_{\text{взв}} = \frac{\Delta m_{\phi}}{m_{\text{p-ра}}} \quad (3)$$

$$X_{\text{взв}} = \frac{68,96}{1011} = 0,068 \text{ или } 6,8\%$$

Значение несколько ниже тех что получают при реализации процесса в промышленных условиях на 8,11%. Возможная причина расхождения в точности измерения веса сырьевых компонентов при загрузке в аппарат. Делаем вывод об адекватности методики физического моделирования основного технологического процесса

3.2 Выбор способа оптимизации процесса

Для снижения содержания взвешенных веществ было предположено, что часть взвешенных веществ состоит из невступивших в реакцию сырьевых компонентов. Для проверки этой гипотезы были проведены эксперименты по предварительному измельчению сырьевых компонентов. Предполагается что это позволит реагирующим веществам более полно вступить в реакцию.

Сырьевые компоненты были измельчены при помощи фарфоровой ступки и пестика. И вновь была проведена серия лабораторных опытов по получению концентрата КФ-15 из измельченных компонентов. Содержание взвешенных веществ оценивалось по ранее освещенной методике.

По результат экспериментов приведенным в таблице 6 обнаружилось снижение содержания взвешенных веществ в конечном продукте. Таким образом принятая изначально гипотеза подтверждается.

Таблица 6 – Результаты опытов с измельченными реагентами

№ опыта	Масса раствора, г	Разница масс фильтра, г
1 опыт	1019	34,65
2 опыт	1044	35,5
3 опыт	1001	34,03
4 опыт	991	33,69
5 опыт	1012	34,41
6 опыт	1025	34,85
Средние значения	1015	34,52

Количественно массовая доля взвешенных веществ при синтезе концентрата из предварительно измельченных компонентов равна:

$$X_{\text{взв}} = \frac{34,52}{1015} = 0,034 \text{ или } 3,4\%$$

Предварительное измельчение реагентов имеет положительный эффект реализовать его можно разными способами. Был произведен анализ литературных данных по данной тематике. Измельчение веществ в твердом виде требует применения мельниц. Так как изначальные фракции реагентов достаточно мелкие, до 3 мм. Тонкое измельчение может быть организовано разными способами. К ним относятся воздействие ударной нагрузкой, истиранием, сочетанием этих двух факторов, также применяется ультразвук. Это и предполагает различие конструкций аппаратов для реализации процесса. Могут быть использованы ударно-центробежные, барабанные, роликовые мельницы, струйные, коллоидные мельницы и вибромельницы. Все эти аппараты отличаются большими габаритными размерами. Процесс тонкого помола требует значительных энергозатрат и эксплуатационных расходов. Эксплуатация такого оборудования требует контроля

равномерности сырьем загрузки, поддержания чистоты и смазки ответственных узлов. Помимо всего прочего эксплуатация любого измельчительного оборудования приводит к загрязнению воздушной среды производства продуктами помола [21] -[24], [35].

Все эти особенности не позволяют внедрить технологию твердого помола в производственный процесс. Альтернативой может явиться измельчение компонентов непосредственно в жидкой фазе. Для этих целей может быть использован диссольвер [16] -[19].

«Основной задачей диссольвера является распределение твердых веществ в жидкой среде и получение коллоидных систем. Коллоидные системы отличаются тем, что распределенные в жидкости частицы твердых веществ не осаждаются под действием земного притяжения, а остаются во взвешенном состоянии. При диспергировании происходят три основных процесса.

Речь идет о следующих процессах:

- смачивание поверхности частиц твердого вещества жидкой средой;
- механическое разделение и измельчение ассоциированных частиц (агрегатов и агломератов);
- стабилизация возникших в результате диспергирования новых, более мелких частиц и предотвращение их повторного слипания (флокуляции)» [32].

Разрушение связей между макрочастицами твердого вещества является основной целью процесса диспергирования. Диссольвер с дисковой фрезерной мешалкой применяется для диспергирования широкого класса материалов в том числе и трудно диспергируемых частиц. Предел измельчения находится в районе 10 мкм. Это подходит для выбранной технологии [20].

Процесс смачивания частиц твердого вещества и их стабилизации для защиты от дополнительной флокуляции зависит от взаимодействия между твердой и жидкой фазами. Наилучшие результаты диспергирования смеси на диссольвере достигаются в том случае, когда основные параметры процесса согласованы между собой: Геометрия и диаметр рабочей емкости, окружная

скорость вращения фрезы и глубина ее погружения в смесь, а также реологические свойства смеси представлены на рисунке 3.

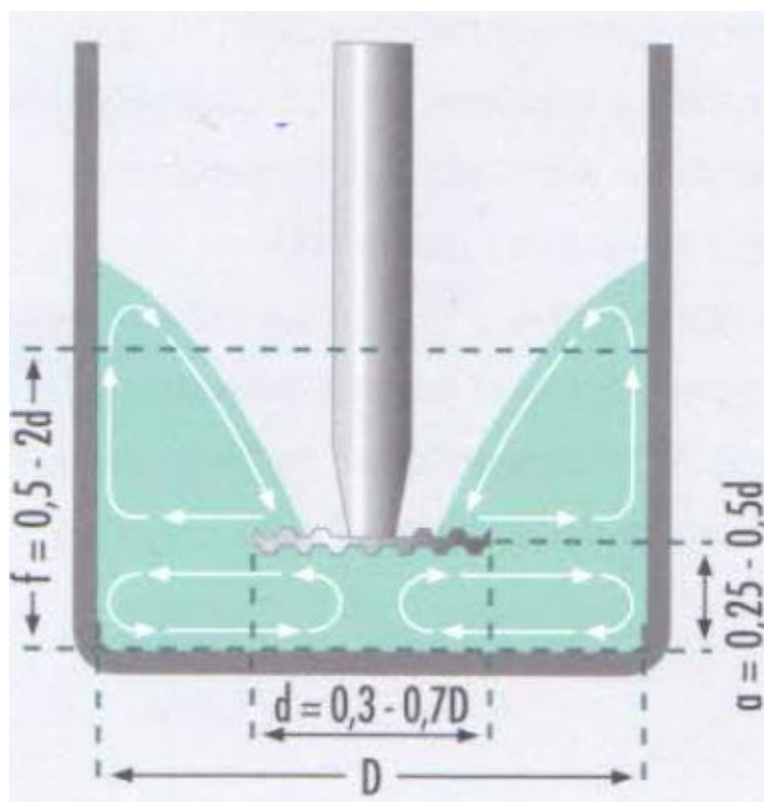


Рисунок 3 – Рекомендуемые соотношения между конструктивными элементами

Вследствие повышения частоты вращения вала, должна находиться в равномерном вращательном движении (до полного исчезновения неподвижных зон). Получается воронка, внутри которой образовывается пустота, где видна середина диска мешалки. «Это и называется эффектом Doughnut. Этим самым Вы достигаете самое эффективное разрушение агломератов, которое происходит в районе движения фрезы.

Эффект Doughnut образуется при ламинарном течении в тех случаях, когда смесь отбрасывается вращающейся зубчатой фрезой наружу к стенкам емкости, где поток разделяется на две части. Нижний поток смеси устремляется к центру дна емкости под вращающийся вал, а затем снова поднимается вверх к зубчатой фрезе. Второй поток образует воронку,

которая хорошо видна сверху. Характер текучести воронки при эффекте Doughnut зависит от количества твердых компонентов в смеси. При пониженном содержании твердых компонентов вязкость смеси оказывается слишком низкой, что приводит к разбрызгиванию и вспениванию смеси. Кроме того, снижение механической энергии приведет к значительному ухудшению диспергирующей способности фрезы. С другой стороны, если содержание твердых компонентов слишком высоко, повышенная вязкость смеси в целом не позволяет добиться оптимального характера текучести. При этом образуется так называемая граница текучести, и смесь остается практически неподвижной. Как следствие, зубчатая фреза проскальзывает в массе или, в крайнем случае, вращается вхолостую» [32]. При вращении фрезы с повышенной скоростью перед ее зубцами образуется зона повышенного давления, а за ними - зона разрежения.

Попеременное воздействие повышенного давления и разрежения на агломераты твердых частиц приводит к их разрушению. Появляется возможность увеличения скорости вращения диссольверного вала, так как в этом случае переход от ламинарного к турбулентному течению массы происходит значительно позднее. Кроме того, благодаря увеличению частоты вращения зубцы фрезы оказывают также ударное действие на частицы смеси [33].

Значительная часть работы по диспергированию частиц происходит также на верхней и нижней поверхностях фрезы. При скоростном вращении фрезы на ее поверхностях образуются вихревые потоки массы, в которых разрушаются агломераты твердых частиц. Вихревой поток, образующийся, прежде всего, на нижней поверхности фрезы, в значительной степени зависит также от расстояния между фрезой и дном емкости.

При уменьшении этого расстояния интенсивность этого вихревого потока увеличивается. Благодаря этому увеличивается скорость потока между нижней поверхностью фрезы и дном емкости и появляется возможность увеличения скорости вращения диссольверного вала, так как в этом случае

переход от ламинарного к турбулентному течению массы происходит значительно позднее [37].

Кроме того, благодаря увеличению частоты вращения вала становится возможным дальнейшее увеличение механической энергии смешивания, обеспечивающей эффективность диспергирования. Как правило, наилучшие результаты диспергирования достигаются в том случае, когда работа проводится с максимальной механической энергией смешивания без разрушения образующейся в емкости воронки (эффекта Doughnut). Механическая энергия смешивания P определяется по частоте вращения n и вращающему моменту M . Эти величины связаны следующим соотношением:

$$P = 2\pi nM \quad (4)$$

В результате обзора литературных источников были выявлены перспективный тип оборудования, которые могут быть применены в данной технологии.

Гомогенизаторы могут иметь рубашку и защитный кожух. Нагрев рубашки используется при гомогенизации сред, которые застывают, либо становятся более вязкими уже при комнатной температуре, или для гомогенизации сред, которым недопустимо перегревание, а также, когда наблюдается рост/гибель бактерий при повышении/понижении температуры.

Их внешний вид представлен на рисунке 4, в этом случае в рубашку подается охлаждающая жидкость, которая, циркулируя, охлаждает стенку рабочей камеры, соприкасающуюся с продуктом



Рисунок 4 – Внешний вид гомогенизатора

Конструкция гомогенизатора представлена на рисунке 5. Принцип действия гомогенизатора можно представить следующим образом: перекачиваемая гомогенизатором среда подводится к всасывающему патрубку 2. Под воздействием подпиряющего давления крупнозернистые частицы или смеси, подлежащие гомогенизации, попадают на крыльчатку агрегата 8, 9, затем, получив ускорение, попадают на гомогенизирующий узел 1, где происходит их дробление между вращающимся и стационарным калибровочными цилиндрическими ножами ротора 11 и статора 10.

Далее частицы «выдавливаются» крыльчаткой и под воздействием давления, созданного центробежной силой, проходят через пазы (отверстия), где происходит мгновенное срезание (дробление) частиц подвижной частью ножа (пазом, шлицем вращающейся части) по мере их продвижения. Калибровочные ножи исполнены в виде цельнотелых косорадиально профрезерованных и отшлифованных болванок (например, в одноступенчатом – в виде колец с отверстиями). Затем они отводятся из напорного патрубка гомогенизатора.

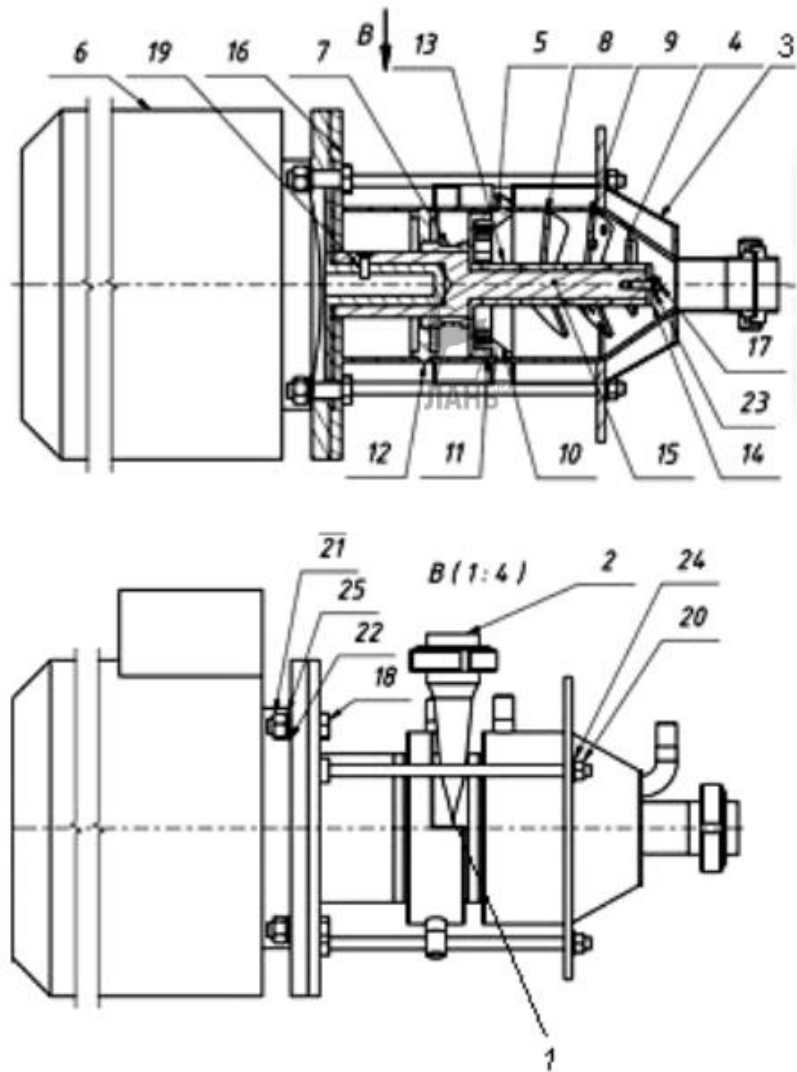


Рисунок 5 – Конструкция гомогенизатора

Гомогенизирующий узел может состоять из одной или нескольких гомогенизирующих головок, расположенных последовательно. В зависимости от числа головок различают одно-, двух- и трёхступенчатые гомогенизаторы [4].

Корпус и ротор гомогенизаторов обычно выполнены из титана или нержавеющей стали AISI 304, AISI 316, что значительно увеличивает срок их службы в целом. В настоящее время как российские, так и зарубежные фирмы выпускают значительное количество самых разнообразных гомогенизаторов.

Например, российский гомогенизатор под общим названием РПГ (роторно-пульсационный гомогенизатор) используется в пищевой, косметической, фармацевтической, химической и других отраслях промышленности. Он предназначен как для измельчения, так и для многокомпонентной гомогенизации с целью получения нерасслаивающихся эмульсий и суспензий. По многим параметрам, как указывает производитель ПО «Агромаш», такой аппарат превосходит лучшие зарубежные образцы гомогенизаторов [1]

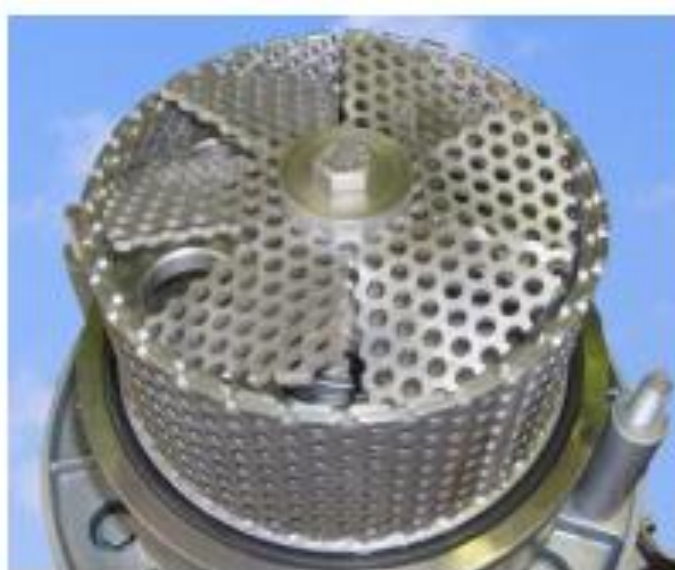


Рисунок 6 – Внутреннее устройство гомогенизатора типа «ротор-статор»

Пример внутреннего устройства гомогенизатора приведен на рисунке 6. «При вращении ротора его каналы периодически совпадают с каналами статора. Выходя из канала статора, жидкость собирается в рабочей камере и продвигается к выходному патрубку. В период времени, когда каналы ротора перекрыты стенкой статора, в полости ротора давление возрастает, а при совмещении канала ротора с каналом статора давление за короткий промежуток времени сбрасывается, и в результате этого в канал статора распространяется импульс давления. Скорость жидкости в канале статора является переменной величиной. При распространении в канале статора

импульса избыточного давления следом возникает кратковременный импульс пониженного («отрицательного») давления, так как совмещение каналов ротора и статора завершилось, и подача жидкости в канал статора происходит только за счет транзитного течения из радиального зазора между ротором и статором. Объем жидкости, вошедший в канал статора, стремится к выходу из канала, и инерционные силы создают растягивающие напряжения в жидкости, что вызывает кавитацию. Кавитационные пузырьки растут при воздействии импульса пониженного давления и схлопываются или пульсируют при увеличении давления в канале статора. Часть кавитационных пузырьков выносятся в рабочую камеру» [14].

«Кроме основных рабочих органов (цилиндров с прорезями, дисков), РПГ могут иметь дополнительные рабочие органы, предназначенные для повышения эффективности их работы. Часто в качестве дополнительных элементов используют лопасти-ножи, устанавливаемые на роторе, статоре или корпусе. Лопасти на роторе позволяют значительно улучшить напорнорасходные характеристики РПГ, повысить эффективность обработки потока во внутренней зоне и создать дополнительные ступени обработки. Повышение эффективности гомогенизатора» [27] может быть достигнуто за счет установки в рабочем пространстве дополнительных рабочих органов, не связанных жестко с основными органами. В этом случае используют диспергирующие и другие дополнительные тела, обеспечивающие повышение эффективности диспергирования и степени турбулизации потока, что будет более подробно рассмотрено в разделе роторно-пульсационные аппараты [7].

Гомогенизатор можно рассматривать как частный случай диспергатора, которые по принципу действия делятся на «ротор-статор», ультразвуковые и плунжерные (высокого давления) [8].

Диспергаторы с системой «ротор-статор» позволяют измельчать субстанции за счёт механического воздействия. Устройства данного типа имеют диспергирующие элементы, состоящие из двух частей: неподвижного

статора и вращающегося ротора. Статор и ротор имеют на конце зубцы различной формы, которая подбирается в зависимости от решаемой задачи.



Рисунок 7 - Схематичное изображение процесса диспергирования:

Продукт попадает в центр диспергирующего элемента и за счёт высоких окружных скоростей отбрасывается к периферии, при этом, проходя сквозь щели статора и ротора, он измельчается. Схема процесса приведена на рисунке 7. Степень измельчения зависит от свойств среды (вязкость жидкости/жидкостей; твёрдость и размер частиц твердой фазы и пр.), типа диспергирующего элемента и окружной скорости [9].

Диспергаторы с системой «ротор-статор» бывают двух типов: погружные и проточные. Погружные диспергаторы по внешнему виду напоминают мешалку: они имеют привод и диспергирующий элемент с длинным валом. Такие диспергаторы применяются в основном в лабораториях при работе с объёмами от нескольких миллилитров (пробирки) до десятков литров, хотя имеются и промышленные модели, которые устанавливаются на больших реакторах [12].

Для получения тонких эмульсий и суспензий используют диспергирующие элементы с двумя или тремя парами ротор-статор.

Диспергирующие элементы, как правило, выполнены из нержавеющей стали AISI 316L и снабжены подшипниками скольжения с тефлоновым покрытием. Элементы могут быть легко разобраны, вымыты, простерилизованы, в том числе и автоклавированы.

Форма зубцов диспергирующих элементов различна и зависит от рабочей среды и конечного результата. Стандартные зубцы имеют П-образную форму: чем тоньше измельчение, тем меньше должно быть расстояние между зубцами[13].

В качестве гомогенизаторов можно использовать и насосы-гомогенизаторы (диспергаторы), предназначенные для тонкого перемешивания и диспергирования эмульсий или суспензий (гели, кремы, пасты, мази, краски и т.д.) в пищевых, косметических, фармацевтических, химических и других производствах с одновременным перекачиванием гомогенизованного продукта[2], [36].

Российское ООО Инновационно-техническое предприятие (ИТП) «ПРОМБИОФИТ» выпускает восемь модификаций насосов-гомогенизаторов серии НГД (гидродинамические) с мощностью электродвигателей от 0,55 до 15,0 кВт.



Рисунок 8 – Внешний вид насосов гомогенизаторов

Гомогенизаторы серии НГД являются гидродинамическими устройствами роторно-пульсационного типа с одинарным торцевым уплотнением. Они изображены на рисунке 8.

Выполнены с выносными опорами, что создаёт дополнительные удобства при сборке, наладке и обслуживании устройства и увеличивает срок его безотказной работы. Профилированные лопасти гомогенизирующей головки обеспечивают более высокие гидродинамические характеристики (подача, напор) при той же мощности электродвигателя по сравнению с аналогами, а особая конструкция гомогенизирующей головки позволяет достичь при этих характеристиках минимального размера частиц и более равномерного распределения их дисперсного состава в смеси [15].

Другая российская фирма НПО «Агромаш» выпускает насос-гомогенизатор серии НГД-М (модернизированный), «который позволяет одновременно производить диспергирование, гомогенизирование и перекачивание продукта с повышением давления на выходе. Специальная конструкция гомогенизатора (две рабочие камеры), специальная геометрия корпуса (с отсутствием мертвых зон) и вращающихся рабочих частей обеспечивает высокую производительность. Применяемые материалы гигиеничны, конструкция гомогенизатора практична в эксплуатации. Он используется в различных областях промышленности, в том числе косметической (крема, шампуни, бальзамы, гели, мази, зубные пасты) и фармацевтической (мази, эмульсии, гели). Гомогенизатор обладает высокой производительностью, позволяет получать высокостабильные эмульсии и суспензии, обеспечивает степень гомогенизации 80 % с размером частиц до 2 мкм и может быть встроен в уже существующие линии» [28].

Стоит отметить важную особенность устройства гомогенизаторов данного типа. Они позволяют осуществить введение сыпучих компонентов не посредственно в корпус аппарата, что при условии нахождения агрегата на нулевой отметке значительно упростит операции с сыпучим сырьем. Отпадет необходимость в доставке его на верхний уровень установки

3.3 Технические предложения по модернизации и их обоснование

Для того чтобы провести процесс в режиме диспергирования необходимо использовать дисковую фрезерную мешалку. В лабораторной установке используемая ранее лопастная мешалка была заменена на дисковую фрезерную. Диаметр мешалки был выбран исходя из зависимостей, представленных на рисунке 9, и составляет 30мм.

Процесс синтеза был несколько изменен. По рекомендациям [2, 35], в жидкую фазу вводятся твердые компоненты при низких частотах перемешивания, далее повышают частоту до оптимального значения для диспергирования по графику на рисунке 9.

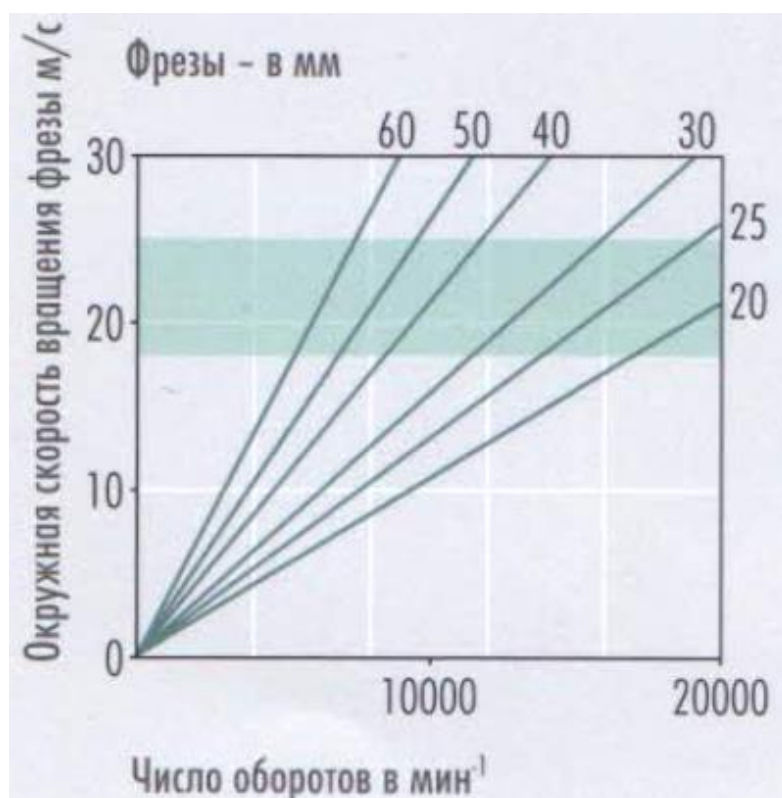


Рисунок 9 – Зависимость между диаметром мешалки, числом оборотов и скоростью ее вращения

Оптимум соответствует значением угловой скорости 20-25м/с. Соответственно выбираем частоту вращения 10000об/мин или 166с⁻¹. По

методике аналогичной предыдущим опытам провели серию экспериментов. Также оценивалась масса взвешенных частиц по разности масс фильтра. Результаты экспериментов приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Результаты опытов с измельченными реагентами

№ опыта	Масса раствора, г	Разница масс фильтра, г
1 опыт	994	41,31
2 опыт	1008	40,77
3 опыт	1024	43,11
4 опыт	987	39,96
5 опыт	1011	42,31
6 опыт	1021	42,43
Средние значения	1008	39,65

По результат экспериментов обнаружилось снижение содержания взвешенных веществ в конечном продукте. Таким образом принятая изначально гипотеза подтверждается. Количественно массовая доля взвешенных веществ при синтезе концентрата из предварительно измельченных компонентов равна:

$$X_{\text{взв}} = \frac{39,34}{1008} = 0,039 \text{ или } 3,9\%$$

Масса взвешенных частиц несколько превышает значения для экспериментов с предварительно измельченными реагентами. Но все же значительно ниже показателей базового процесса. Снижение составило 2,9% по абсолютным значениям или 43% от значений базового процесса.

Для перехода к конструкции мешалки в промышленном реакторе воспользуемся зависимостями, приведенными на рисунке 9. Выберем диаметр дисковой фрезерной мешалки 1 м. Её конструкция представлена на рисунке 10.

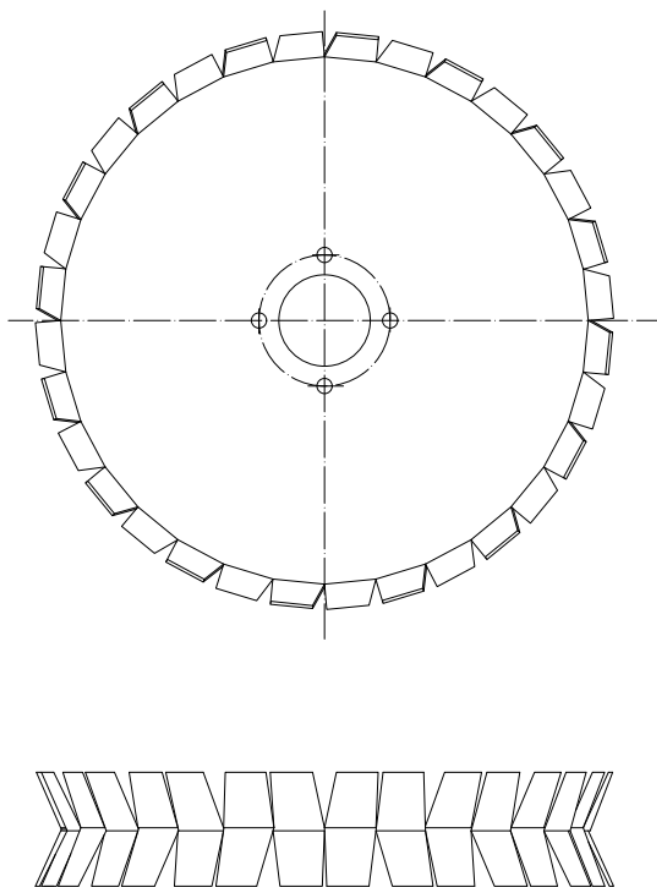


Рисунок 10 - Общий вид диска мешалки

Для выбора частоты вращения мешалки воспользуемся формулой

$$n = \frac{v}{\pi \cdot d} \quad (5)$$

Тогда

$$n = \frac{25}{3,14 \cdot 1^2} = 7,96 \text{с}^{-1}$$

Скорость выбрана исходя из оптимальных условий диспергирования.

Пересчитаем материальный баланс процесса на загрузку составляющую 7 тонн продукта. Учитывая то что масса взвешенных частиц в продукте синезированном в лабораторных условиях отличалась от промышленных данных на 10%, для расчета материального баланса процесса увеличим пропорционально содержание взвешенных частиц.

Выводы

Таким образом содержание взвешенных частиц в готовом концентрате синтезированном в промышленном реакторе будет равно 4,29%. Материальный баланс процесса с учетом сохранения пропорций реагентов и модернизации реактора представлен в таблице 8.

Таблица 8 – Материальный баланс с учетом модернизации

Приход			Расход		
Наименование компонента	Масса, кг	Состав, % масс	Наименование компонента	Масса, кг	Состав, % масс
ZnO	350	4,63	Готовый продукт, Концентрат КФ-15	7235	95,71
Ni(NO ₃)	729,4	9,65			
Mn(NO ₃) ₂	422,8	5,59			
H ₃ PO ₄	2524,9	33,4	Взвешенные частицы	324,32	4,29
NaOH	485,1	6,42			
H ₂ O	3047,8	40,31			
Итого	7560	100	Итого	1080	100

Время проведения процесса не изменится и согласно регламентным данным составит 2 часа. Изменению подвергнется график изменения частоты вращения мешалки.

Также введение в технологическую схему насоса гомогенизатора позволит сократить время вспомогательных операций по загрузке сырья. Так как насос будет находиться на нулевой отметки. Не потребуется поднимать тару с сыпучими компонентами на верхний уровень установки.

Можно сделать выводы по разделу. Для обеспечения режима, способствующего снижению массы взвешенных частиц в готовом продукте следует:

- изменить конструкцию мешалки
- увеличить частоту вращения мешалки
- изменить технологический режим процесса синтеза, внести в регламент загрузку на низких оборотах с последующим повышением.
- ввести в технологическую цепочку насос гомогенизатор для упрощения операции введения сырья

Ожидаемый результат повышение производительности реактора, упрощение организации операции ввода реагентов.

Заключение

Фосфатирование является перспективным методом подготовки поверхности металлов перед окраской, отличающимся низкими затратами на организацию процесса и высоким качеством создаваемой пленки, как средства антикоррозийной защиты. Этот метод защиты реализуется при помощи использования фосфатирующих концентратов - растворов неорганических веществ, модифицирующих металлические поверхности.

Технология их производства достаточно проста, осуществляется в реакторах периодического действия снабженных мешалкой.

В работе описаны проведенные лабораторные исследования процесса синтеза фосфатирующего концентрата КФ-15. Выявлены закономерности, влияющие на содержание взвешенных частиц в готовом продукте. Выполнено физическое моделирование производственного процесса в лабораторных условиях. Доказано влияние предварительного измельчения частиц исходных веществ на содержание взвешенных веществ в готовом продукте. Проведены испытания процесса диспергирования твердых сыпучих компонентов в жидкой фазе.

Исследования производственного процесса получения фосфатирующего концентрата КФ-15 позволили предложить способ модернизации реакторного блока, заключающийся в изменении конструкции мешалки, изменении режима работы ее привода и введение новой единицы оборудования в технологическую схему – насоса-гомогенизатора.

Внедрение данного способа производства позволит снизить массу взвешенных частиц в готовом продукте, что благоприятно скажется на его качестве, а также позволит повысить производительность реакторного блока как минимум на 3,12%. Применение насоса-гомогенизатора позволит упростить вспомогательную операцию – загрузку сырья в реактор и сократит время на ее проведение, а также позволит более полно диспергировать исходные реагенты в реакционной массе.

Список используемой литературы и используемых источников

1. Альбрехт, С.Н. Применение РПА при производстве молочных комбинированных продуктов / С.Н. Альбрехт, Г.Е. Иванец, П.В. Плотников // Хранение и переработка сельхозсырья. - 2000. - № 2. - С. 42-43.
2. Бакин, И.А. Смешивание компонентов регенерированного молока / И.А. Бакин // Молочная промышленность. - 2006. - № 12. - С. 58-60.
3. Бакин, И.А. Совмещение процессов смешивания и диспергирования в конусном центробежном аппарате / И.А. Бакин, С.Г. Чечко, А.В. Сибиль // Хранение и переработка сельхозсырья. - 2009. - № 3. - С. 60-63.
4. Бакин, И.А. Теоретические и практические аспекты разработки конструкций центробежных смесителей для переработки дисперсных материалов: монография / И.А. Бакин, В.Н. Иванец. - Кемерово: КемТИПП, 2007. - 156 с.
5. Безгодков А.А., Овчинников И.И., Подготовка поверхности как один из основных факторов обеспечения долговечности антикоррозионных покрытий, [Электронный ресурс] URL: http://dorndi.org.ua/files/upload/%D0%A2%D1%80%D0%B0%D0%BD%D1%81%D0%BF%D0%BE%D1%80%D1%82%D0%BD%D1%8B%D0%B5%20%D1%81%D0%BE%D0%BE%D1%80%D1%83%D0%B6%D0%B5%D0%BD%D0%B8%D1%8F_2020,%20№2,%20%D0%A2%D0%BE%D0%BC%207%2023SATS220.pdf (Дата обращения: 20.01.2021);
6. Григорян Н.С., Акимова Е.Ф., Ваграмян Т.А. Фосфатирование: учебное пособие для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности "Технология электрохимических производств", Москва: Глобус, 2008 г;
7. Ермолаев А.Н., Мельничук О.В. Контроль концентрации и дисперсности в системах управления технологическими процессами производства водно-дисперсионных лакокрасочных материалов, Альманах современной науки и образования, Тамбов: Грамота, 2015. № 9 (99). С. 62-64.

8. Иванец, В.Н. Интенсификация процесса смешивания за счет направленного формирования материальных и воздушных потоков / В.Н. Иванец, И.А. Бакин, А.С. Волков // Химическая промышленность сегодня. - 2005. - № 11. - С. 52-56.
9. Иванец, В.Н. Исследование влияния перемешивающих устройств на интенсификацию газожидкостных процессов / В.Н. Иванец, С.Н. Альбрехт, Г.Е. Иванец // Журнал прикладной химии. - 2001. - Т. 74. - Вып. 3. - С. 451-455.
10. Иванец, В.Н. Определение диспергирующей способности центробежного смесителя / В.Н. Иванец, И.А. Бакин, М.М. Винниченко, С.Г. Чечко, В.И. Маньянов // Хранение и переработка сельхозсырья. - 2006. - № 7. - С. 68-70.
11. Иванец, В.Н. Повышение эффективности газожидкостных процессов в роторно-пульсационном аппарате / В.Н. Иванец, С.Н. Альбрехт, Г.Е. Иванец // Химическая промышленность. - 2000. - № 11. - С. 46-48.
12. Иванец, В.Н. Разработка новых конструкций центробежных смесителей непрерывного действия для переработки дисперсных материалов / В.Н. Иванец, И.А. Бакин, Д.М. Бородулин // Известия вузов. Пищевая технология. - 2003. - № 4. - С. 94-98.
13. Иванец, Г.Е. Разработка циркуляционного смесителя центробежного типа для получения сухих и увлажненных композиций / Г.Е. Иванец, С.А. Ратников, И.А. Бакин, В.П. Зверев // Хранение и переработка сельхозсырья. - 2002. - № 6. - С. 60-61.
14. Иванец, Г.Е. Роторно-пульсационный аппарат для интенсификации стадии перемешивания при производстве комбинированных продуктов / Г.Е. Иванец, С.Н. Альбрехт, П.В. Плотников // Известия вузов. Пищевая технология. - 2000. - № 2-3. - С. 59-61.
15. Иванец, Г.Е. Энергетическая характеристика РПА / Г.Е. Иванец, В.А. Плотников, П.В. Плотников // ЖПХ. - 2000. - Т. 73. - Вып. 9. - С. 1511-1514.

16. Иванец В.Н., Бакин И.А., Иванец Г. Е., Интенсификация процессов гомогенизации и диспергирования при получении сухих, увлажненных и жидких комбинированных продуктов
17. Козловский В. И., Вайтехович П. Е. Влияние конструктивных особенностей шаровой мельницы с мешалкой на ее эффективность // Лакокрасочные материалы и их применение. 2015. № 7. С. 43–45.
18. Козловский В. И., Вайтехович П. Е. Измельчение материалов в шаровой мельнице с мешалкой // Труды БГТУ, 2012, № 3: Химия и технология неорган. в-в. С. 96–99.
19. Козловский В. И., Вайтехович П. Е, Волк А.М. Анализ дисперсности продуктов в шаровой мельнице с мешалкой // Журнал прикладной химии. 2012. Т. 85. Вып. 11. С. 1895–1898. 8. Красовский Г. И., Филаретов Г. Ф. Планирование эксперимента. Минск: БГУ, 1982. С. 30–32
20. Кораблева, О. Н., Е.А. Индейкин Расчет и выбор оборудования производства пигментированных лакокрасочных материалов: учебное пособие / О.Н. Кораблева, Е.А. Индейкин.- Ярославль: Изд-во ЯГТУ, 2014. - 142 с.
21. Ларионова Н.И., Коломоец М.В., Сечина Г.П., Автоматизация химических реакторов, [Электронный ресурс] URL: <https://studfile.net/preview/2608897/> (Дата обращения: 20.01.2021);
22. Отчет по научно-исследовательской теме «Создать и освоить в производстве фосфатирующий концентрат и технологический процесс фосфатирования стали и алюминия», НПО «Лакокраспокрытие», г.Хотьково. 1985г;
23. Плотников, П.В. Гидродинамика межцилиндрового потока РПА / П.В. Плотников, Г.Е. Иванец, С.Н. Альбрехт // Хранение и переработка сельхозсырья. - 2000. - № 1. - С. 50-53.
24. Промтов М.А. Пульсационные аппараты роторного тип: теория и практика/ М.: Издательство машиностроение-1, 2001, -247 с

25. Селиванов В.Н., Перелыгин Ю.П., Универсальный раствор фосфатирования, [Электронный ресурс] URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/universalnyy-rastvor-fosfatirovaniya/viewer> (Дата обращения: 20.01.2021);
26. Степин С.Н., Абдуллин И.Ш., Светлакова Т.Н., Зиганшина М.Р., Светлаков А.П. Наноразмерные объекты в области противокоррозионной защиты полимерными покрытиями//Лакокрасочные материалы и их применение. -2009. -№ 3. -С. 40-44;
27. Технологический регламент на изготовление фосфатирующих концентратов. 1994г;
28. Уилдер М., Микола А. Преимущества и экономическая эффективность новой технологии диспергирования // Лакокрасочные материалы и их применение. 2003. № 7. С. 46–48.
29. Фейлер Л.А., Старикова Е.Ю., Фосфатирование металлов, IV всероссийская конференция «химия и химическая технология: достижения и перспективы, Кемерово, 27–28 ноября 2018 года;
30. Фосфатирование металла и стали [Электронный ресурс] URL: <https://ecm-zink.ru/info/stati/fosfatirovanie-metalla-i-stali.html> (Дата обращения: 20.01.2021).
31. Фромхерз Х., Спорнбергер С. Прогрессивные технологии обеспечивают эффективность диспергирования // Лакокрасочные материалы и их применение. 2002. № 3. С. 16–19.
32. Щукин Е.Д., Перцов А.В., Амелина Е.А. Коллоидная химия. Учебник для студентов химических специальностей университетов. Издательство МГУ, 1982.
33. Ciullo P. A. Industrial minerals and their uses: a handbook and formulary. USA. Noyes Publications. 1996. 632 p.
34. Cognard Ph. Handbook of Adhesives and Sealants. V.1: Basic Concepts and High Tech Bonding. France. Elsevier Ltd. 2005. 511 p.

35. Hiem A., Powlak A. The effect of the number of contact points grinding elements on the rate of grinding in ball mills // Physicochem. Probr. Miner. Process. 2004, no. 38, pp. 147–155.
36. Kwade A., Schwedes J. Autogenzerkleinerung in Ruhrwerksmühlen // Chem. Ing. Techn. 1996. N. 7. P. 12–14. 3.
37. Müller B., Poth U. Coatings Formulation. U. Poth. 2nd rev. ed. Vincentz Network. 2011. 287 p.