

А. И. ЕРШОВ, Е. Д. ЕЛЬКИНА, В. М. ТРОФИМОВ

## ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ИНТЕНСИФИКАЦИИ ПРОЦЕССА ИЗВЛЕЧЕНИЯ НЕПРЕВРАЩЕННЫХ ЦИКЛОСИЛОКСАНОВ ИЗ ПОЛИМЕРОВ СКТН

Исследование рациональных методов проведения технологических процессов в интенсифицированных режимах является одной из важных задач развития химической промышленности на современном этапе. Тепло- и массообменные процессы могут быть интенсифицированы не только за счет выбора оптимальных физико-химических условий, а в значительной мере путем создания благоприятных гидродинамических условий.

Особое значение приобретают методы интенсификации процессов в производстве и переработке материалов, обладающих повышенной вязкостью, способностью к пенообразованию и изменению физических свойств при длительном контактировании с горячим воздухом. Необходимость интенсификации процесса возникла, в частности, на одной из стадий производства синтетических полиорганосилоксановых жидких каучуков СКТН.

Каучуки СКТН получают путем полимеризации циклосилоксанов, причем ввиду равновесного характера реакции полимеризации около 15% циклосилоксанов остается незаполимеризованными. Такое количество «летучих» циклосилоксанов, остающееся в каучуках, крайне нежелательно, так как при этом заметно ухудшаются эксплуатационные свойства вулканизатов и значительно повышается расходный коэффициент при производстве жидких силоксановых каучуков.

Во ВНИИСК им. Лебедева велись всесторонние исследования по разработке эффективного способа извлечения непревращенных циклосилоксанов (летучих) из полимеров СКТН.

Рациональное решение было найдено совместными усилиями сотрудников Белорусского технологического института и ВНИИСК им. Лебедева, которые разработали и исследовали

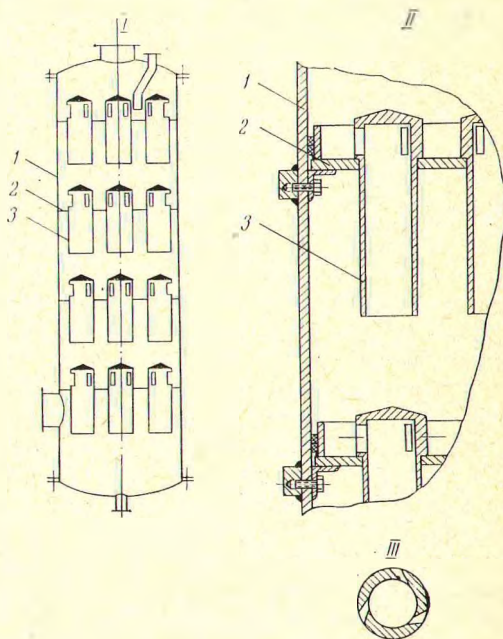


Рис. 1. Конструкция пленочного аппарата:  
I — общий вид, II — ступень, III — прорезь.  
1 — царга, 2 — тарелка, 3 — патрубок контактный.

новый пленочный аппарат, обеспечивающий стабильность протекания процесса, возможность изменения расхода жидкой и газовой фаз в широких пределах и надежность разделения фаз после извлечения.

Массообменный аппарат [1] состоит из нескольких ступеней (рис. 1). Каждая ступень (см. рис. 1, II) представляет собой участок царги 1 и тарелку 2 с встроенными в нее цилиндрическими стаканами 3, которые являются одновременно контактными и сливными элементами. В верхней части стаканов, выступающей над тарелками, торцовые отверстия заглушены, а по боковой стенке имеются прорезы для прохода газо-

жидкостной смеси (см. рис. 1, III). В целом колонна не имеет каких-либо внутренних подвижных устройств, что заметно повышает ее надежность и упрощает обслуживание.

Газовая и жидкая фазы перемещаются в аппарате сверху вниз. Всякий полимер, подаваемый на верхнюю тарелку, увлекается (эжектируется) через тангенциальные прорезы струями воздуха, при этом внутри стаканов происходит закручивание потока и интенсивное взаимодействие фаз на поверхности высокоскоростной турбулизованной пленки полимера, образующейся в результате крутки. При выходе из стаканов скорость воздуха с парами «летучих» падает; полимер же за счет инерционных сил отделяется из потока и собирается на последующей тарелке, где снова увлекается струями газа в тангенциальные прорезы контактных стаканов и т. д. За последней контактной ступенью «обезлетученный» полимер собирается на дне аппарата и от-

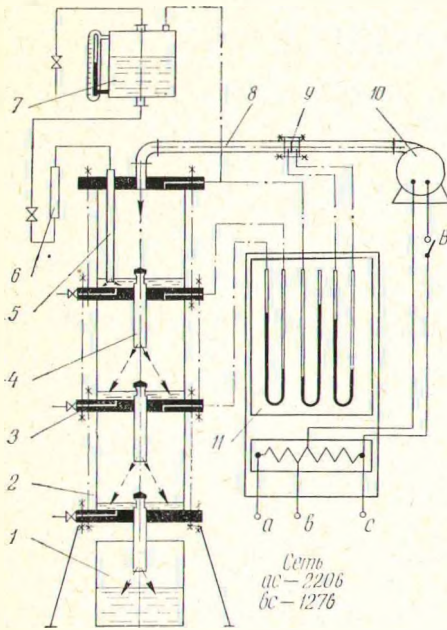


Рис. 2. Схема экспериментальной установки. 1 — приемный бак; 2 — царга; 3 — тарелка; 4 — патрубок контактный; 5 — трубка для ввода полимера; 6 — ротаметр; 7 — напорный бак; 8 — воздуховод; 9 — дроссельная диафрагма; 10 — воздуходувка; 11 — щиток с измерительными приборами.

водится через нижний слив, а воздух с парами «летучих» через штуцер, расположенный непосредственно под нижней тарелкой, отводится в конденсатор.

Обеспечение высоких скоростей двухфазного закрученного потока в зоне контактирования позволило заметно сократить время процесса и уменьшить габариты промышленных аппаратов до небольших размеров.

Роторно-пленочный аппарат по своему устройству относится к типу аппаратов, при исследовании которых вполне приемлем принцип элементного моделирования. Основным рабочим элементом на каждой ступени служит стакан, являющийся одновременно сливным и контактным узлом, где осуществляется процесс массообмена на поверхности турбулизованной пленки. Поэтому результаты исследований, полученные на модели с одним стаканом при прочих равных условиях, можно распространить на аппараты с любым числом стаканов.

Исходя из таких положений, мы проводили экспериментальное изучение вопросов гидродинамики на модели роторно-пленочной колонны ( $D=75$  мм) с тремя рабочими тарелками, имевшими по одному контактному стакану ( $d=20$  мм).

Размеры тангенциальных щелей были приняты по результатам первоначальной серии опытов, когда среди прочих факторов устанавливалась и полная смачиваемость внутренней поверхности стаканов при минимальном орошении.

Для контактных стаканов с общей длиной  $l \leq 5d$  размеры щелей  $h=d$ ;  $s=0,1d$ .

В задачу исследований входило изучение гидравлического сопротивления контактной ступени роторно-пленочного аппарата в зависимости от расхода фаз и их физико-химических свойств, а также вывод уравнения для расчета потерь напора на гидравлические сопротивления.

Согласно основным положениям теории подобия, установившееся движение потока в гидродинамических системах описывается критериальным уравнением в неявном виде

$$Eu = f(Re; \Gamma_1; \Gamma_2; \dots),$$

где  $Eu = \frac{\Delta p}{\rho w^2}$  — критерий Эйлера;

$Re = \frac{w \cdot d \cdot \rho}{\mu}$  — критерий Рейнольдса;

$\Gamma_1, \Gamma_2$  — симплексы геометрического подобия;

$\Delta p$  — потери давления на гидравлические сопротивления, н/м<sup>2</sup>;

$w$  — средняя скорость движения потока, м/сек;

$d$  — эквивалентный диаметр, м;

$\rho$  — плотность среды, кг/м<sup>3</sup>;

$\mu$  — динамическая вязкость, н · сек/м<sup>2</sup>.

Зная величину критерия  $Eu$ , можно найти потерю давления:  $\Delta p = Eu \cdot \rho \cdot w^2$ . Однако для этого необходимо в каждом случае экспериментальным путем определять конкретный вид критериальной зависимости. С этой целью была смонтирована лабораторная установка (рис. 2), включающая в себя опытную модель колонны, напорный (7) и приемный (1) бачки, воздуходувку (10) с воздуховодами, дроссельную диафрагму (9) и щиток с измерительными приборами (11). В тарелках (3) колонны имелись боковые сверления для слива жидкости после выключения колонны и для замера давления на ступенях.

В опытах замерялось только сопротивление 2-й (средней) тарелки, на остальных же были созданы совершенно одинаковые условия.

Гидравлическое сопротивление исследовалось как при работе сухой колонны (без орошения), так и орошаемой.

На рис. 3 представлена графическая зависимость перепада давления в одной контактной ступени от средней скорости газа в стакане для сухой тарелки и орошаемой. График наглядно показывает, что сопротивление контактной ступени возрастает с увеличением плотности орошения. Отсюда общее сопротивление рабочей ступени можно выразить как сумму двух составляющих:

$$\Delta p_l = (\Delta p_{гр} + \Delta p_{м.с}) + \Delta p_{ор},$$

где  $\Delta p_{тр} + \Delta p_{м.с} = \Delta p_{сух}$  — сопротивление ступени без орошения, н/м<sup>2</sup>;  
 $\Delta p_{тр}$  — потери давления на трение, н/м<sup>2</sup>;  
 $\Delta p_{м.с.}$  — потери давления на местные сопротивления, н/м<sup>2</sup>;  
 $\Delta p_{ор}$  — добавочное сопротивление ступени от орошения, н/м<sup>2</sup>.

Относя к динамическому напору, получим

$$\Delta p_i = \frac{\left( \lambda \frac{l}{d} + \Sigma \xi_{м.с.} \right) \cdot \rho \frac{w^2}{2} + \xi_{ор} \frac{\rho w^2}{2}}{\xi_{сух}}$$

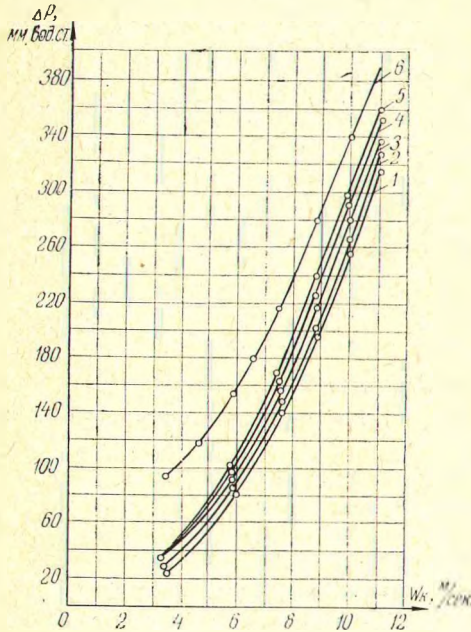


Рис. 3. Зависимость перепада давления в контактной ступени от средней скорости газа в стакане:

1 — опыты без орошения; 2 — орошение водой, 5 см<sup>3</sup>/сек; 3 — орошение водой, 7 см<sup>3</sup>/сек; 4 — орошение водой, 9 см<sup>3</sup>/сек; 5 — орошение водой, 11 см<sup>3</sup>/сек; 6 — орошение полимером, 4,5 см<sup>3</sup>/сек.

где  $\nu_{ж}$  — коэффициент кинематической вязкости жидкости, идущей на орошение, м<sup>2</sup>/сек;

$\nu_{в}$  — коэффициент кинематической вязкости воды, м<sup>2</sup>/сек.

Симплекс  $\frac{\nu_{ж}}{\nu_{в}}$  введен в это уравнение для того, чтобы получить возможность для сравнения результатов, полученных на жидкостях с различной вязкостью.

С помощью этого уравнения можно рассчитывать величину гидравлического сопротивления контактной ступени и аппарата.

Важным показателем, который характеризует процесс «обезлетучивания» каучуков СКТН, является степень извлечения «летучих»  $\eta$ , выражаемая соотношением

В самом начале важно было установить, как изменяется значение  $\xi_{сух}$  при различных расходах газовой фазы. Обработка опытных данных показала, что  $\xi_{сух}$  практически не зависит от  $Re_{г}$ , т. е. исследованный интервал работы аппарата находится в автомоделной области.

В дальнейшем полное сопротивление ступени мы выражаем засисимостью

$$\Delta p_i = \xi_0 \frac{\rho \cdot w^2}{2},$$

где  $\xi_0 = \xi_{сух} + \xi_{ор}$ , и обрабатываем опытные данные в критериальной форме.

Экспериментальные точки по гидравлическому сопротивлению орошаемой контактной ступени хорошо легли на прямую (рис. 4), определяемую критериальным уравнением

$$Eu = 7,82 Re_{ж}^{0,18} \left( \frac{\nu_{ж}}{\nu_{в}} \right)^{0,212},$$

$$\eta = \frac{C_n - C_k}{C_n} \cdot 100\%$$

где  $C_n$  — начальная концентрация «летучих» в каучуке;  
 $C_k$  — конечная концентрация «летучих».

В работе изучалась зависимость степени извлечения «летучих» от технологических параметров: соотношения фаз, температуры воздуха и вязкости исходного продукта.

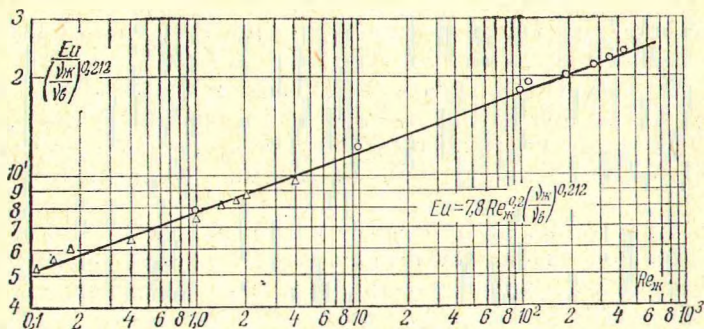


Рис. 4. Результаты обработки экспериментальных данных:  
 1 — орошение водой; 2 — орошение полимером.

Опыты проводились на 2-ступенчатой модели диаметром 80 и высотой 300 мм, выполненной из стекла и фторопласта. В каждую из тарелок устанавливалось по одному контактному патрубку диаметром 20 и высотой 60 мм.

Воздух и низкомолекулярный каучук подавались в верхнюю часть колонны.

Тепло, необходимое для проведения процесса, подводилось током нагретого воздуха.

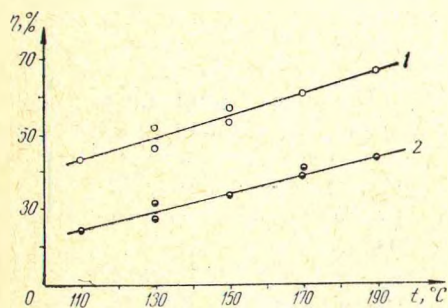


Рис. 5. Зависимость степени извлечения  $\eta$  от температуры воздуха:  
 1 — соотношение фаз  $n=0,5$ ; 2 — соотношение фаз  $n=5$ .

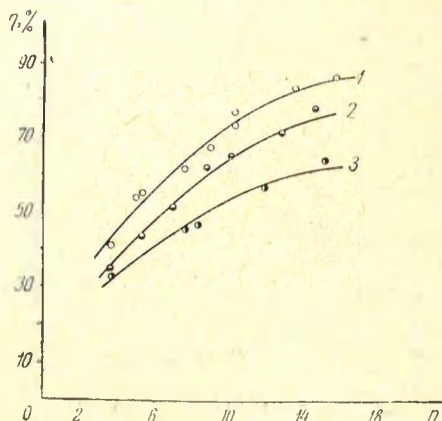


Рис. 6. Зависимость степени извлечения от соотношения фаз:  
 1 — температура воздуха  $t_B = 190^\circ \text{C}$ ; 2 — температура воздуха  $t_B = 160^\circ \text{C}$ ; 3 — температура воздуха  $t_B = 130^\circ \text{C}$ .

После контактирования воздух, обогащенный парами «летучих», попадал в конденсатор, где пары циклосилоксанов конденсировались, а конденсат собирался в мерной емкости.

При исследовании определялось начальное и конечное содержание «летучих» ( $C_n$  и  $C_k$ ), вязкость каучука, расход и температура воздуха, расход и температура каучука на ступенях.

Начальное и конечное содержание «летучих» в каучуке определялось по потере в весе навески каучука после термостатирования ее при температуре  $150^\circ\text{C}$  в течение 3 час в соответствии с МРТУ 38—3 № 200—6.

По результатам экспериментальных данных установлены следующие закономерности.

На рис. 5 приведены зависимости степени извлечения  $\eta$  от температуры воздуха  $T_v$  при различных соотношениях фаз  $n = G_v : G_n$ , где  $G_v$  и  $G_n$  — массовые расходы воздуха и полимера соответственно. Из графика следует, что  $\eta$  пропорциональна температуре воздуха в первой степени.

На рис. 6 представлены зависимости степени извлечения  $\eta$  от соотношения фаз  $n$  при различных температурах воздуха. Из графика следует, что степень извлечения пропорциональна соотношению фаз в степени  $m$ .

В общем виде зависимость степени извлечения  $\eta$  от температуры воздуха и соотношения фаз выражается уравнением

$$\eta = AT_v \left( \frac{G_v}{G_n} \right)^m.$$

Обработка экспериментальных данных позволила получить значения коэффициента  $A$  и показателя степени  $m$ . В пределах соотношения фаз  $G_v : G_n$  от 0 до 15 и температур воздуха от  $373$  до  $473^\circ\text{K}$  применимо уравнение

$$\eta = 0,039 T_v \left( \frac{G_v}{G_n} \right)^{0,57},$$

где  $T_v$  — температура воздуха,  $^\circ\text{K}$ .

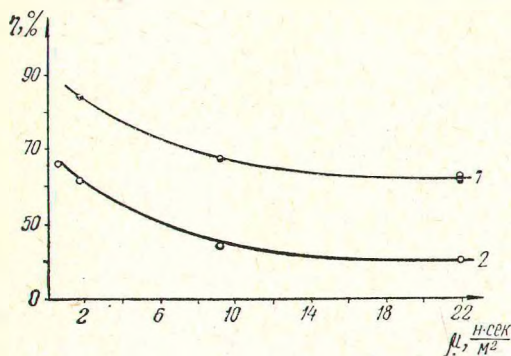


Рис. 7. Зависимость степени извлечения от вязкости исходного продукта:  
1 — соотношение фаз  $n=8,5$ ; 2 — соотношение фаз  $n=4$ .

По этому уравнению можно рассчитать степень извлечения для условий, идентичных нашим, произвольно выбирая соотношение фаз и температуру воздуха.

Поскольку в промышленности необходимо обрабатывать каучуки с различными молекулярным весом и концентрацией исходного продукта, что отражается прежде всего на вязкости каучука, то была исследована зависимость степени извлечения от вязкости исходного продукта, которая представле-

на на рис. 7. Вязкость промышленного каучука выше  $10 \text{ н.сек/м}^2$ . Из графика следует, что степень извлечения в этом пределе фактически не зависит от вязкости.

### Выводы

1. Исследована гидродинамика в аппарате струйной энергии.
2. Получено уравнение, с помощью которого можно рассчитать величину гидравлического сопротивления каждой ступени и аппарата.
3. Изучена степень извлечения циклосилоксанов из жидкого силиконового каучука в зависимости от технологических параметров.

### Литература

[1] А. И. Ершов, Н. А. Козулин, В. М. Трофимов. Авт. свид. СССР № 181041. Бюлл. изобр., 9 (1966).