

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Саратовский государственный технический университет
имени Гагарина Ю.А.
Энгельсский технологический институт**

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА СУШКИ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Методические рекомендации
к лабораторной работе по курсу «Оборудование в технологии
переработки полимеров»
для студентов направления 18.03.01
«Химическая технология»

Энгельс 2024

УДК 667.1
ББК 28.072

Изучение процесса сушки материалов, используемых в химической технологии : Методические рекомендации к лабораторной работе по курсу «Оборудование в технологии переработки полимеров» / Е.В. Бычкова – Энгельс: Изд-во ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А., 2023. – 13 с.

Рецензенты: профессор кафедры «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств» ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А., д.т.н профессор Устинова Т.П.

Методические рекомендации к выполнению лабораторной работы «Изучение процесса сушки материалов, используемых в химической технологии»: по курсу «Оборудование в технологии переработки полимеров». В методических рекомендациях приведены основные понятия о процессах сушки и классификация сушилок. В экспериментальной части дано описание лабораторных работ. Приведены задания на выполнение опытов и методики их проведения.

УДК 667.1
ББК 28.072

*Одобрено редакционно-издательским советом
ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.*

Брошюра издается в авторской редакции

ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ

Переработка пластмасс представляет собой совокупность различных технологических процессов, с помощью которых исходный полимер превращается в изделие с заданными эксплуатационными свойствами.

По назначению методы переработки пластмасс подразделяются на подготовительные, основные и завершающие.

К подготовительным методам относятся смешение, вальцевание, таблетирование, сушка и предварительный прогрев, гранулирование. Подготовительные методы используются для улучшения технологических свойств перерабатываемого сырья, а также для получения полуфабрикатов и заготовок (гранул, таблеток, листов), применяемых в качестве исходного материала в основных методах переработки.

В производстве полимерных материалов сушка, как правило, является обязательной стадией, требующей больших энергетических затрат. От аппаратурно-технологического оформления сушки зависит в большой степени качество полимера. В процессе сушки можно удалять из полимера оставшийся мономер и низкомолекулярные соединения, выделять полимеры из растворов и т.д.

Сушке подвергаются полимеры, находящиеся в различных агрегатных состояниях: гранулированные и мелкозернистые; пастообразные; растворы и суспензии полимеров; твердые материалы, пропитанные растворами полимеров.

Выбор метода сушки и типа сушилки обусловлен свойствами полимеров, наиболее важными из которых являются следующие: термостойкость; склонность к окислению и деструкции при повышенных температурах; неоднородность полимера по начальному содержанию растворителя или воды и гранулометрическому составу; содержание легкокипящих, легковоспламеняющихся и токсичных растворителей, склонность к электризации и предел взрываемости сухой пыли полимера; содержание химически активных веществ.

Большинство полимеров требуется высушивать до содержания в них растворителей или воды 0,03-0,20% (масс), что требует интенсификации процессов сушки и повышения экономичности работы сушильных агрегатов. Это может быть достигнуто: проведением сушки в условиях эффективной гидродинамической обстановки, что позволяет значительно увеличить коэффициенты тепло- и массоотдачи и повысить температуру процесса, с повышением коэффициентов тепло- и массоотдачи и температуры сушки резко сокращается продолжительность процесса при сохранении качества материала и уменьшаются удельные энергозатраты; применением комбинированных способов подвода тепла; применением в качестве теплоносителей перегретого водяного пара или перегретых паров растворителей, испаряемых из высушиваемых материалов; созданием

комбинированных ступенчатых сушильных агрегатов, а также сушильных агрегатов, работающих в замкнутом цикле инертного газа, что позволяет избежать окисления кислородом воздуха и повысить качество высушенного материала. При этом резко снижаются потери растворителей, возможность возникновения взрывоопасной обстановки и улучшаются санитарно-гигиенические условия труда.

Сушка и предварительный прогрев материалов проводится для повышения их сыпучести и удаления из них лишней влаги и летучих веществ. Использование высушенного и предварительно подогретого полимерного сырья позволяет получать изделия с высокими физико-механическими показателями и хорошим качеством поверхности.

Сушкой называют процесс удаления влаги из влажных материалов с теплоносителем или через обогревательную стенку. В первом случае теплоносителем служит нагретый воздух или газы и перегретый пар, такая сушка называется *конвективной*. Во втором случае нагревание осуществляется в поле токов высокой частоты или тепловыми лучами, а сушка называется *контактной*.

Содержание влаги в материале выражается в процентах к его массе, причем влажность, которую имеет материал до сушки, называется начальной, а после сушки - конечной или остаточной.

Способность материала впитывать в себя влагу называется гигроскопичностью. Степень гигроскопичности зависит от свойств материала и состояния окружающего воздуха. Сушка может осуществляться в неподвижном слое и при перемешивании.

При контакте влажного материала с сухим нагретым воздухом начинается испарение влаги с поверхности материала и диффузия образующегося пара через пограничный слой газа в окружающий воздух. В материале возникает градиент концентраций влаги, и она начинает перемещаться из внутренних слоев к поверхности.

Пока влагосодержание u' материала велико (обычно в начале процесса), влага, диффундирующая из глубинных слоев к наружным, будет полностью смачивать поверхность материала. В этих условиях количество влаги, испаряющееся с единицы поверхности материала за единицу времени, определяется скоростью, с которой влага диффундирует через пограничный слой воздуха, насыщенного влагой. При постоянстве внешних условий (температуры воздуха, его влагосодержания, скорости и направления движения) скорость сушки $\Delta u' / \Delta \tau$, т. е. масса влаги, испарившаяся из единицы массы материала за единицу времени, будет постоянной. Поэтому этот период сушки называют *периодом постоянной скорости* или *периодом внешней диффузии* (рис. 1, участок I).

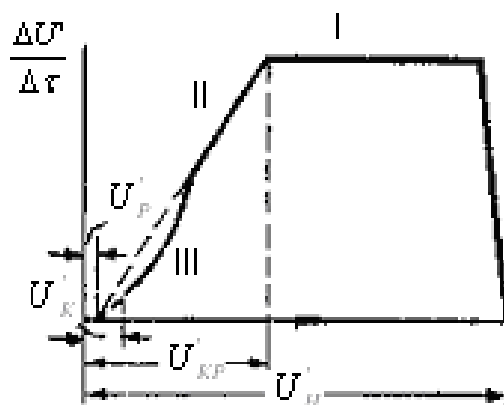


Рис. 1. Зависимость скорости сушки от влагосодержания

Поскольку в период постоянной скорости сушки поверхность материала покрыта пленкой влаги, которая испаряется при температуре мокрого термометра, то температура высушиваемого материала в этот период будет постоянной, приблизительно равной температуре мокрого термометра.

Когда влагосодержание материала уменьшится и влаги, подводимой к наружным слоям, будет недостаточно для полного смачивания поверхности, то сначала на ней появятся сухие участки («островки»), а затем вся поверхность материала окажется сухой, и зона испарения углубится внутрь материала. С момента, когда количество влаги, подводимой к поверхности, становится меньшим того, которое могло бы испариться, скорость сушки будет падать. Влагосодержание материала, при котором начинается период падающей скорости, называют критическим $u'_{кр}$.

Сушку обычно заканчивают по достижении некоторого конечного влагосодержания u'_k , определяемого требованиями технологической практики. В пределе же конвективная сушка может продолжаться до тех пор, пока материал не достигнет равновесного влагосодержания, т.е. влагосодержания, равновесного влагосодержанию нагретого воздуха, являющегося сушильным агентом.

В период падающей скорости течение процесса сушки обуславливается диффузией влаги к поверхности испарения, т.е. внутренней диффузией, скорость которой определяется структурой материала и его температурой, но мало зависит от внешних условий (рис.1, участки II и III).

Непосредственно за моментом достижения критического влагосодержания наступает период, когда сокращение смоченной поверхности (появление сухих участков) приводит к уменьшению количества влаги, удаляемой со всей геометрической поверхности высушиваемого материала, т. е. к падению общей скорости сушки, хотя скорость испарения влаги со смоченной части поверхности не изменяется. В течение этого периода скорость сушки пропорциональна содержанию влаги в материале (рис.1, участок II). При дальнейшем уменьшении влагосодержания вся зона испарения перемещается вглубь

материала и начинается период, когда скорость сушки будет зависеть только от скорости, с которой влага диффундирует к поверхности материала (рис. 1, участок III). Для различных материалов вид кривой скорости сушки в этом периоде может быть различным. Он зависит от физической природы высушиваемого материала и от условий сушки.

В периоде падающей скорости сушки температура материала превышает температуру мокрого термометра и при достижении материалом равновесного влагосодержания становится равной температуре воздуха.

При проектировании сушильных установок, как и аппаратов для других технологических операций, очень важным является расчет времени проведения процесса.

В течение периода внешней диффузии скорость испарения влаги с поверхности влажного материала равна скорости, с которой влага диффундирует через пленку насыщенного воздуха.

Продолжительность периода постоянной скорости сушки может быть определена по уравнению

$$\tau_1 = \frac{1}{K} (u'_i - u'_{\text{ед}}) \quad (1)$$

где K - константа скорости сушки, 1/с;

u'_n и $u'_{\text{кр}}$ - начальное и критическое влагосодержание материала, считая на абсолютно сухое вещество.

В течение периода падающей скорости сушки влага внутри твердого материала перемещается как в виде жидкости, так и в виде пара под действием капиллярных сил и теплового воздействия. Скорость внутренней диффузии зависит от структуры материала и его температуры, а также от физико-химических свойств жидкости. Ввиду чрезвычайно большого числа факторов, определяющих скорость процесса сушки в период падающей скорости, строгое математическое описание его весьма сложно.

Продолжительность периода падающей скорости сушки, в большинстве случаев можно найти только по экспериментальным данным.

При инженерных расчетах допустимо предположение, что зависимость между скоростью сушки и влагосодержанием материала в течение всего периода падающей скорости сушки (от критического до равновесного влагосодержания) характеризуется прямолинейной зависимостью (см. рис. 1). В этом случае продолжительность периода падающей скорости сушки можно определить по приближенному уравнению

$$\tau_2 = \frac{1}{K} (u'_n - u'_{\text{кр}}) 2,31 \lg \frac{u'_{\text{кр}} - u'_p}{u'_k - u'_p} \quad (2)$$

где u'_p и u'_k - равновесное и конечное влагосодержание материала, считая на абсолютно сухое вещество.

Удаление влаги из материалов проводится в сушилках различной конструкции.

Сушилки классифицируются:

- в зависимости от давления в рабочем пространстве - атмосферные и вакуумные;
- в зависимости от цикличности процесса - периодического и непрерывного действия;
- в зависимости от подвода тепла к высушиваемому материалу - конвективные и контактные;
- в зависимости от типа сушильного агента - воздушные, газовые и паровые;
- в зависимости от движения теплоносителя по отношению к высушиваемому материалу - прямоточные, противоточные и перекрестные;
- в зависимости от конструкций - барабанные, гребковые, туннельные, шахтные, вальцовые, ленточные, распылительные, турбинные, вибрационные, роторные и комбинированные.

Гребковая вакуумная сушилка, применяемая при производстве поливинилбутираля, представляет собой цилиндрический корпус 1 (рис.2, а), в котором вращается вал 2 с лопастями 5. Сушилка имеет паровую рубашку 4. Вал, направление вращения которого периодически меняется, вращается от электродвигателя 5 через редуктор 6. Влажный материал загружается через люк 7, а сухой продукт выгружается через люк 8, снабженный винтовым затвором 9. Для чистки сушилки и снятия проб без сброса вакуума в крышках 10 корпуса предусмотрены специальные люки.

Для сушки порошкообразных материалов (полистирол, нейлон и др.) в псевдоожиженном слое непосредственно перед их переработкой в изделия применяются камерные сушилки; контейнер 1 (рис.2, б) с материалом устанавливается в камере сушилки на тележке 2. В камеру через перфорированное дно 3 контейнера вентилятором 4 засасывается воздух, который поступает через патрубок 5, пройдя предварительно фильтр 6 и калорифер 7. Нагретый воздух, пройдя через слой материала, очищается в фильтре 8, далее через заслонку 9 и люк 10 выбрасывается в атмосферу. Высушенный продукт выгружается через откидную боковую стенку. Температура воздуха в калорифере регулируется клапаном 12.

Для непрерывной сушки сыпучих материалов применяются вибрационные сушилки. Сырой материал загружается через питатель 1 (рис.2, в) на верхний металлический лист 2, который установлен на вибрирующей раме 3, приводимой в движение вибраторами 4. Под действием вибрации материал передвигается по металлическому листу, установленному наклонно, и пересыпается на следующий лист, установленный на той же раме, но с наклоном в противоположную сторону и т.д. Воздух, предварительно нагретый в пластинчатом калорифере 6, нагнетается в камеру вентилятором 5. Сухой продукт выгружается из сушилки через патрубок 7. Скорость и количество перемещаемого воздуха регулируются при помощи жалюзи 8. Влажный воздух выбрасывается через патрубок 9.

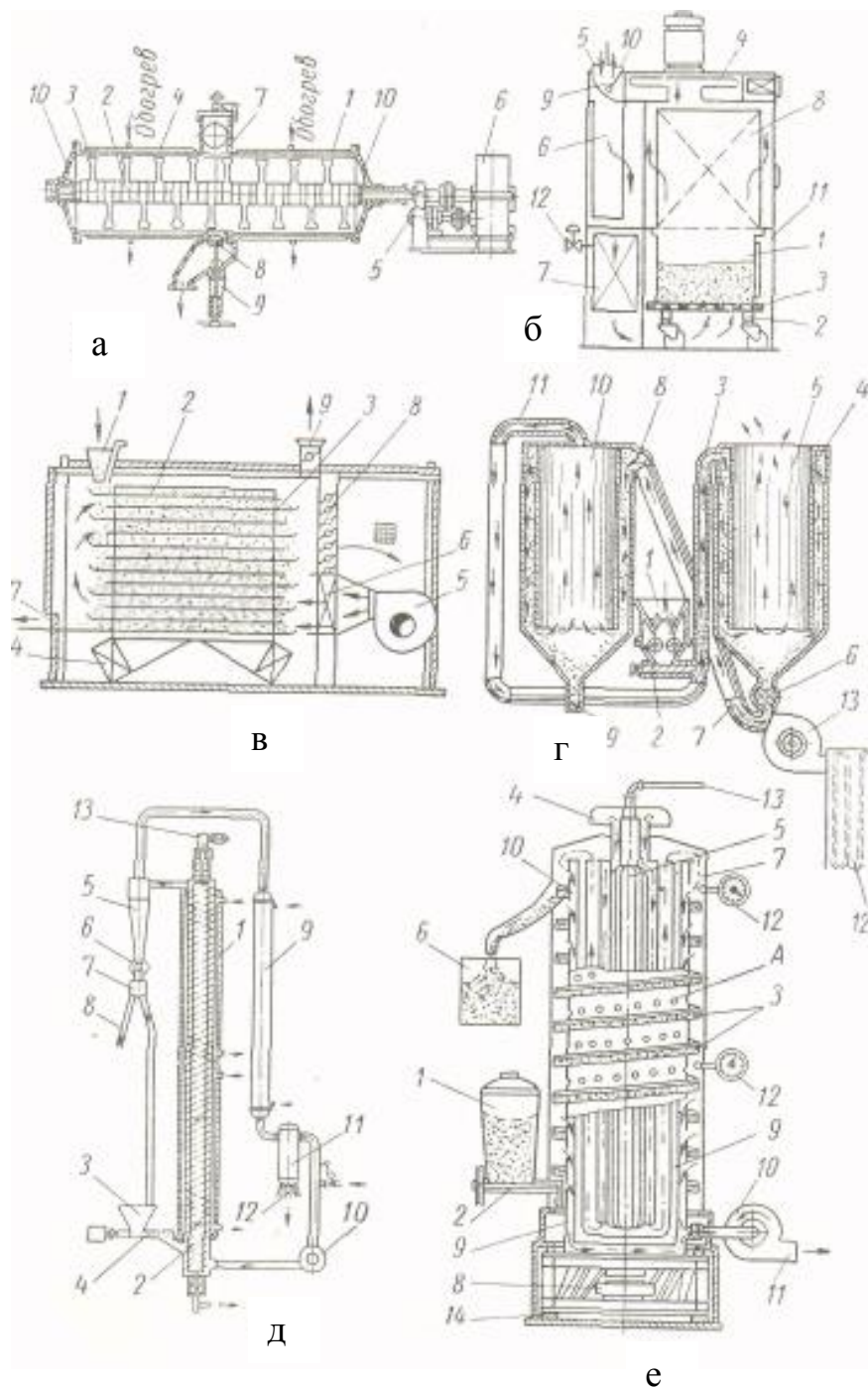


Рис. 2. Сушилки: а - гребковая вакуумная; б - камерная; в - вибрационная; г - пневматическая; д - спирально-трубчатая; е - с вибротранспортером

Сушка термочувствительных полимерных материалов осуществляется в двухстадийной пневматической сушилке, показанной на рис.2, г. Материал из бункера 1 червячным питателем 2 подается в нижнюю часть трубопровода 3, где частицы материала подхватываются потоком нагретого воздуха и направляются с большой скоростью в сушильную камеру 4. Влажный воздух через трубу 5 выходит в атмосферу, а подсушенный материал собирается в нижней части камеры и далее секторным питателем 6 непрерывно подается в трубопровод 7, откуда потоком нагретого воздуха

переносится во вторую камеру 8, в которой процесс сушки продолжается. Высушенный продукт через клапан 9 поступает в приемный бункер, а частично увлажненный воздух по трубе 10, трубопроводам 11 и 3 поступает в камеру 4. Воздух перед подачей в сушилку нагревается в калорифере 12 и подается по трубопроводу 7 в камеру 8 вентилятором 13.

Для непрерывной сушки порошкообразных материалов (полиэтилена, полипропилена и поливинилхлорида) применяется спирально-трубчатая сушилка (рис.2, д). Сушилка представляет собой трубу 1 с паровой рубашкой. В трубе установлен полый вал 2, к наружной поверхности которого приварены лопасти, образующие непрерывную винтовую линию. Влажный материал из бункера 3 червячным питателем 4 подается в трубу 1 и далее транспортируется инертным газом вверх по спирали. При этом материал подсушивается за счет тепла, получаемого от обогреваемой стенки. В циклоне 5 материал отделяется от инертного газа и через клапан 6, фильтр 7 и патрубок 8 поступает в сборный бункер. Отработанный газ направляется в конденсатор 9, откуда вентилятором 10 направляется вновь в сушилку, а конденсат из сборника 11 через патрубок 12 выводится из системы. Для лучшего распределения материала по сечению спирального канала полый вал с помощью привода 13 вращается с угловой скоростью $\pi/30 - \pi/15$ рад/сек.

Для высушивания гранулированных полимерных материалов, чувствительных к истиранию, применяются сушилки с вибротранспортером (рис.2,е). Влажный материал из бункера 1 питателем 2 подается на спиралеобразный вибротранспортер 3, по которому он движется вверх, соприкасаясь с потоком горячего воздуха, нагретого в калорифере 5. Воздух в сушилку поступает через кольцевой приемник 4. Высушенный материал с вибротранспортера поступает в приемный бункер 6. Вибротранспортер, заключенный в кожух 7, приводится в движение от электромагнитного вибратора 8. Отработанный воздух через отверстия А поступает в коллектор 9, откуда вентилятором 10 через патрубок 11 отсасывается из системы. Для замера и контроля температуры служат термопары 12 и регулятор 13. В сушилке у основания корпуса установлены резиновые амортизаторы 14. Различные смолы и пластмассовые эмульсии, которые при нагревании теряют свои свойства, целесообразно сушить в конвективных прямоточных распылительных сушилках непрерывного действия. Процесс высушивания в таких сушилках протекает настолько быстро, что, несмотря на высокую температуру теплоносителя, материал не успевает нагреться выше температуры испарения влаги. Материал можно распылять центробежным, механическим или пневматическим способами, в зависимости от свойств материала, подлежащего сушке. При всех этих способах распыления высушенный материал получают в виде тонкодисперсного порошка с постоянной влажностью.

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Задание 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ ВЫСУШИВАНИЕМ

Цель работы: Определение времени сушки, необходимого для достижения заданного конечного влагосодержания материала.

Этим методом обычно определяют кристаллизационную и гигроскопическую влагу. Метод прост, его недостаток - большая продолжительность высушивания.

Техника определения. В предварительно взвешенный чистый и сухой бюкс помещают вещество массой 5-10 г, закрывают крышкой и взвешивают на аналитических весах. Навеску определяют по разности между массой бьюкса с навеской и массой пустого бьюкса. Затем помещают бюкс в сушильный шкаф с приоткрытой крышкой при температуре 105°C и доводят содержимое до постоянной массы. Если два последовательных взвешивания после высушивания в течение 30 мин дают разницу, не превышающую 0,0005 г, то масса вещества считается постоянной.

Вынимают бюкс из сушильного шкафа и помещают в эксикатор на 30 мин, чтобы он принял температуру комнаты, затем снова взвешивают. Материал для сушки берут по заданию преподавателя. Требуемое влагосодержание термопластов для формования изделий приведено в приложении 1.

Массовую долю воды W (в %) вычисляют по формуле:

$$W = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100\% , \quad (3)$$

где m - масса навески вещества; m_1 - масса вещества после сушки.

Отчет о работе должен содержать: а) задание; б) отчетную таблицу; в) все необходимые расчеты; г) графические зависимости.

Задание 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ В МАТЕРИАЛЕ

Цель работы: Определение времени, необходимого удаления летучих веществ в полимерном материале.

Порядок выполнения работы:

1. Приготовить 50% раствор фенолоформальдегидного олигомера в спирто-ацетоновой смеси в соотношении 1 : 1.

2. В предварительно взвешенную коробочку помещают 5 холстиков размером 50 x 50 мм и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г. Навеску определяют по разности между массой коробочки с навеской и массой коробочки.

3. Пропитывают холстики приготовленным раствором фенолоформальдегидного олигомера в соотношении 1 : 1.

4. Для удаления растворителя полученный материал ставят под вытяжку на 30 мин. Затем коробочку помещают в сушильный шкаф при температуре 60°C для полного удаления ацетона и спирта.

5. Далее температуру в сушильном шкафу поднимают до 120°C и доводят содержимое до постоянной массы. Если два последовательных взвешивания после высушивания в течение 30 мин дают разницу, не превышающую 0,0005 г, то масса вещества считается постоянной.

5. Вынимают коробочку с материалом из сушильного шкафа и помещают в эксикатор на 30 мин, чтобы он принял температуру комнаты, затем снова взвешивают.

Массовую долю летучих веществ ω (в %) вычисляют по формуле:

$$\omega = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100\% , \quad (4)$$

где m - масса навески вещества, г;

m_1 - масса вещества после сушки, г.

6. На миллиметровой бумаге в выбранном масштабе строят кривую изменения влаги и летучих во времени.

Отчет о работе должен содержать: а) задание; б) отчетную таблицу; в) все необходимые расчеты; г) графические зависимости.

Контрольные вопросы

1. Какой технологический процесс называют сушкой?
2. Что является движущей силой процесса сушки?
3. Что называют скоростью сушки?
4. Чем определяется скорость сушки в первом периоде? При каких условиях скорость сушки в первом периоде постоянна?
5. Чем определяется скорость сушки во втором периоде?
6. Что такое равновесное влагосодержание материала и от чего зависит его значение? Что такое критическое влагосодержание материала?
7. Как изменяется температура материала в процессе конвективной сушки?
8. Почему при сушке влага в материале перемещается из внутренних слоев к поверхности?
9. Что такое относительная влажность воздуха?
10. Для чего необходимо удалять влагу и летучие вещества перед формованием изделия?

ЛИТЕРАТУРА

1. Процессы и оборудование производства волокнистых и пленочных материалов. – Минск: Вышэйшая школа, 2013. – 587 с.
2. <http://techn.sstu.ru/new/SubjectFGOS/Default.aspx?kod=1430>
3. Ким В.С. Оборудование заводов пластмасс./В.С.Ким .М.А.Шерышев. - М.: Химия,2008. – 586 с.
4. Головкин Г.С.Проектирование технологических процессов изготовления изделий из полимерных материалов. - М.: Химия,2007.-399 с.
5. Бортников В.Г. Производство изделий из пластических масс: учебное пособие. – Том.2. – Технология переработки пластмасс. – Казань: Изд-во «Дом печати», 2002. – 399 с.
6. Производство изделий из полимерных материалов: Учебное пособие / В.К.Крыжановский, М.Л.Кербер, В.В.Бурлов и др. – СПб.: Профессия, 2004. – 464 с.

Приложение 1

Требуемое влагосодержание в полимерах для получения изделий

Полимер	Требуемое влагосодержание, %
Полиэтилен	0,1
Полипропилен	0,1
Полистирол	0,1
АБС	0,2
Полиамид (ПА)-66	0,1
ПА - 12	0,1
Поликарбонат	0,02
Полиэтилентерефталат (ПЭТФ)	0,01
ПЭТФ, бутылки	0,005

«Изучение процесса сушки материалов,
используемых в химической технологии»

Методические рекомендации