

# 基于正交实验的叔戊醇钾搅拌混合装置优化设计

徐淑娟<sup>1</sup>, 孙露静<sup>2</sup>, 林 军<sup>1,2</sup>, 李明海<sup>1</sup>

(1.南京师范大学化学与材料科学学院,江苏 南京 210023)

(2.南京师范大学常州创新发展研究院,江苏 常州 213001)

[摘要] 针对叔戊醇钾生产过程中液固两相混合效果的强化,设计了新型搅拌装置,通过正交试验法,研究了搅拌桨桨型、挡板安装角度、釜内温度、搅拌转速和搅拌时间等影响因素对该体系固相分散的影响,通过自行开发的新型多相流图像识别系统,检测实验过程中液固两相流混合效果.结果表明,采用 SG-6(2) 搅拌桨、安装角度  $\theta=90^\circ$  的挡板、操作温度 160~165  $^\circ\text{C}$ 、搅拌速度 150~155 r/min、搅拌时间 30 min 为最佳优化条件,其局部固相体积分数达到 11.98%.

[关键词] 液固两相流,搅拌桨,挡板

[中图分类号] TQ027.1 [文献标志码] A [文章编号] 1672-1292(2019)03-0087-06

## Optimization Design of Granule Potassium Tert-Butoxide Mixing Device Based on Orthogonal Experiment

Xu Shujuan<sup>1</sup>, Sun Lujing<sup>2</sup>, Lin Jun<sup>1,2</sup>, Li Minghai<sup>1</sup>

(1.School of Chemistry and Materials Science, Nanjing Normal University, Nanjing 210023, China)

(2.Changzhou Institute of Innovation and Development, Nanjing Normal University, Changzhou 213001, China)

**Abstract:** In view of the enhancement of solid-liquid two-phase mixing effect in Potassium tert-butoxide production process, a new type of stirring device is designed in the paper. The influence of impeller baffle installation angle, temperature in the kettle, stirring speed and stirring time on the solid-phase dispersion of the system are studied by orthogonal experiment, and a novel multiphase flow image recognition system is developed to detect the mixing effect of solid-liquid two-phase flow. The results shows: the SG-6(2) impeller, the baffle with the installation angle of  $\theta=90^\circ$ , operating temperature 160~165  $^\circ\text{C}$ , stirring speed 150~155 r/min and mixing time 30 min are the best experimental conditions, with the partial solid phase volume fraction of 11.98%.

**Key words:** solid-liquid two-phase flow, impeller, baffle

叔戊醇钾是重要的精细化学品,其碱性大于传统的无机强碱<sup>[1]</sup>,作为有机反应中的催化剂,广泛用于缩合、重排和开环等反应中<sup>[2-6]</sup>.传统的碱金属醇盐产品为固体粉末状物质,粉末状碱金属醇盐腐蚀性强、吸湿性强、易燃易爆,常州吉恩药业有限公司通过自主研发及与本课题组开展的产学研合作,突破了颗粒状碱金属醇盐合成、生产的关键技术,首次提出采用釜式反应器生产颗粒状叔戊醇钾.

颗粒状叔戊醇钾解决了粉末状产品在生产中发生的物料损失及安全问题,但目前的颗粒状产品生产中生产装置和工艺过程仍存在的问题:颗粒状产品中仍含有部分粉末状产品,影响产品品质;生产过程能耗偏大,生产周期偏长.为了解决上述问题,必须进一步强化搅拌釜的搅拌混合效果,将反应生成的粉末状叔戊醇钾进行二次溶解,确保其中固相尽量完全溶解,方便后续结晶形成高纯度的颗粒状叔戊醇钾.

二次溶解的过程是一个液固两相混流的过程,而固相在搅拌釜内的分散状态对液固两相流混合起关键作用,固相分布越均匀,越有利于混合<sup>[7-9]</sup>.影响搅拌釜内两相混合效果的因素包括:搅拌釜内搅拌产生的流场分布;搅拌桨的形状;连接搅拌桨的轴转速及搅拌时间;搅拌釜内静态的内部构件;釜内的操作温

收稿日期:2019-05-07.

基金项目:常州市国际科技合作项目(CZ20180008)

通讯联系人:李明海,讲师,研究方向:化工过程模拟. E-mail: ag2159@163.com

度,也即随着温度的变化,釜内液相的密度与粘度变化对分布的影响<sup>[10-15]</sup>.

本文通过正交实验设计,考察搅拌桨桨型、挡板安装角度、釜内温度、搅拌转速和搅拌时间等影响因素对固相分散的影响,以确定最优工艺条件,达到优化搅拌釜混合效果的目的.

1 实验

1.1 实验试剂

固相采用常州吉恩药业有限公司生产的粉末状叔戊醇钾,固相含量为 12%,固相物质的平均直径为 40  $\mu\text{m}$ . 液相为工厂使用混合高沸点有机溶剂,液相含量为 88%.

1.2 实验装置及分析方法

1.2.1 实验装置

采用自行设计的搅拌装置,搅拌釜的结构如图 1,尺寸如表 1 所示.

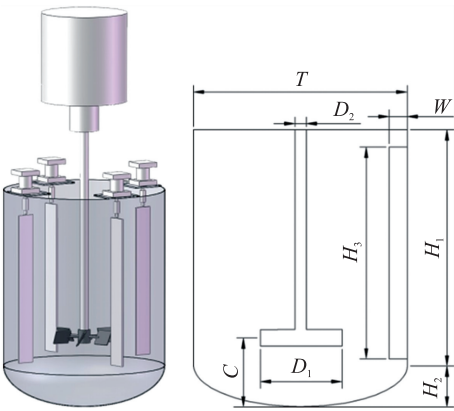


图 1 实验装置及几何模型

Fig. 1 The diagram of experimental device and geometric model

表 1 叔戊醇钾搅拌混合装置尺寸

Table 1 The dimensions of potassium 2-methyl-2-butoxide mixing device

结构	尺寸/m
搅拌釜圆柱体高 $H_1$	0.350
搅拌釜椭圆底高 $H_2$	0.050
搅拌釜内径 $T$	0.300
搅拌桨直径 $D_1$	0.100
搅拌桨离底高度 $C$	0.070
搅拌轴直径 $D_2$	0.020
挡板宽度 $W$	0.030
挡板高度 $H_3$	0.250

搅拌桨桨叶选择六直叶开启涡轮桨(ST-6)、六弯叶开启涡轮桨(CT-6)和自行设计的 SG-6(2) 型搅拌桨,桨型结构如图 2 所示. 所有桨型的尺寸采用相同比例,搅拌桨直径 0.1 m,轮毂直径 0.028 m,叶片高度 0.03 m,厚度 0.002 m. 3 种桨叶尺寸如表 2 所示. 通过挡板上方电机控制釜内挡板角度,挡板结构如图 3 所示.

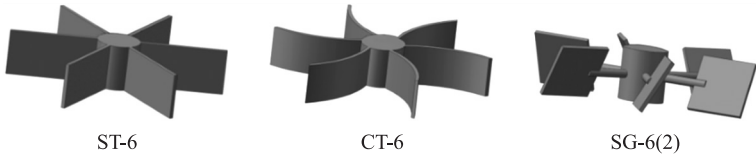


图 2 搅拌桨结构示意图

Fig. 2 Schematic diagram of impeller structure

表 2 搅拌桨尺寸

Table 2 The dimensions of stirring impeller

搅拌桨类型	结构	尺寸/m
ST-6	桨叶长度	0.036
CT-6	桨叶长度	0.400
SG-6(2)	桨叶长度	0.030
	连接轴直径	0.004

1.2.2 检测装置

本文中采用自行开发的多相流体系分散图像分析系统对采集的图像中固体颗粒分布与固相体积分数进行统计计算,分析系统所用软件截图如 4 所示.

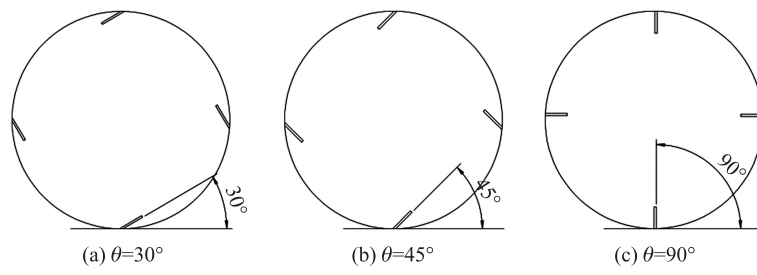


图3 挡板结构示意图

Fig.3 The schematic diagram of baffle structure

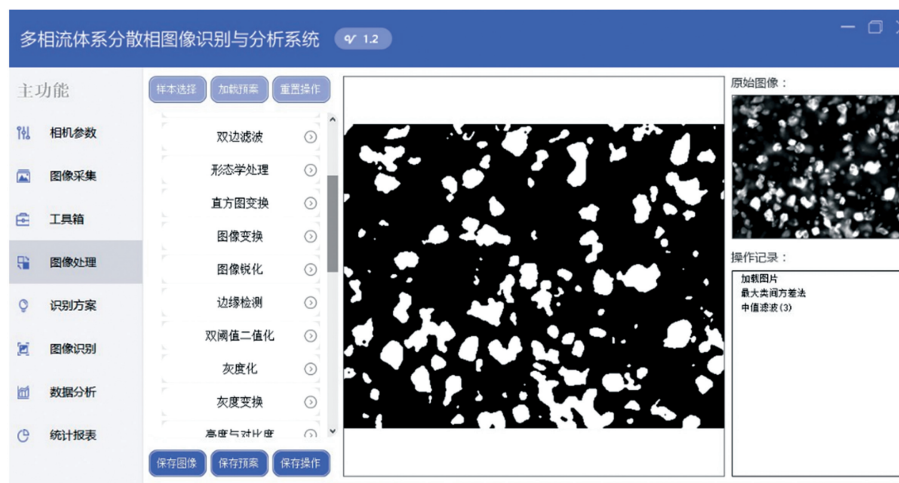


图4 多相流体系分散相图像识别与分析系统

Fig.4 The image recognition and analysis system for distributed phase of multiphase flow system

由于拍摄的图像使用像素来定义几何长度,因而在计算实际固体颗粒体积大小时,需要设定标尺,将像素与拍摄的实际大小进行对应,将定义的尺寸进行添加,以此为准算出单颗固相颗粒的大小和所拍摄区域的固相体积分数,通过分析估算整个搅拌釜的固相分散,其计算公式如下:

$$X = \frac{\sum_{i=1}^{N1} \frac{4}{3} \pi \left( \frac{d_i}{2} \right)^3 + \sum_{i=1}^{N2} \frac{1}{4} \cdot \frac{4}{3} \pi \left( \frac{d_i}{2} \right)^3 + \sum_{i=1}^{N3} \frac{2}{4} \cdot \frac{4}{3} \pi \left( \frac{d_i}{2} \right)^3 + \sum_{i=1}^{N4} \frac{3}{4} \cdot \frac{4}{3} \pi \left( \frac{d_i}{2} \right)^3}{V}, \quad (1)$$

式中, $N$ 为目标颗粒数目; $d_i$ 为目标颗粒尺寸; $V$ 为成像范围体积.

利用上述的多相流测量仪及多相流分析系统对叔戊醇钾搅拌混合小试装备进行实验测量,使用抽样的方式对搅拌釜内粉末状叔戊醇钾的分布情况拍照分析,拍照测量点 $A$ 位置为: $x=0.075\text{ m}$ , $y=0\text{ m}$ , $z=0.15\text{ m}$ 处,具体位置显示如图5所示.

### 1.3 正交试验设计

文章考察搅拌桨桨型、挡板安装角度、釜内温度、搅拌转速和搅拌时间5个因素对叔戊醇钾固相分散的影响,每个因素选取3个水平,具体的影响因素水平如表3所示.

表3 正交试验影响因素水平表

Table 3 The orthogonal experimental design

影响因子	A:搅拌桨	B:挡板角度 $\theta/(^{\circ})$	C:温度/ $^{\circ}\text{C}$	D:转速/( $\text{r}/\text{min}$ )	E:搅拌时间/ $\text{min}$
水平1	ST-6	30	140~145	130~135	20
水平2	CT-6	45	160~165	150~155	30
水平3	SG-6(2)	90	180~185	170~175	40

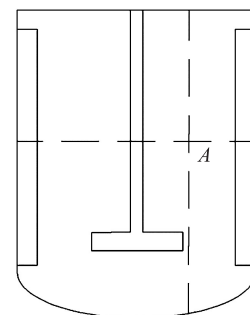


图5 点位置示意图

Fig.5 The diagram of point position

2 结果及讨论

2.1 正交试验结果

经过搅拌混合,在选取的拍照测量点 A 进行拍照取样(如图 6)及局部固相体积分数计算,正交试验结果如表 4 所示,图 6 对应表 4 中各个实验序号的拍照检测图样.表 4 中  $K$  表示各单因素在不同水平面上的局部固相体积分数平均值, $R$  表示各单因素在各水平上的最大值与最小值之差, $R$  值越大,表明该单因素对釜内局部固相体积的影响越大.由  $R$  值可以看出,对釜内局部固相体积的影响主次顺序为搅拌桨结构>搅拌转速>挡板安装角度>搅拌时间>釜内温度,说明搅拌桨结构对釜内混合影响较大,为主要因素.搅拌转速对釜内混合情况的影响次之,挡板安装角度、搅拌时间和釜内温度影响较小.

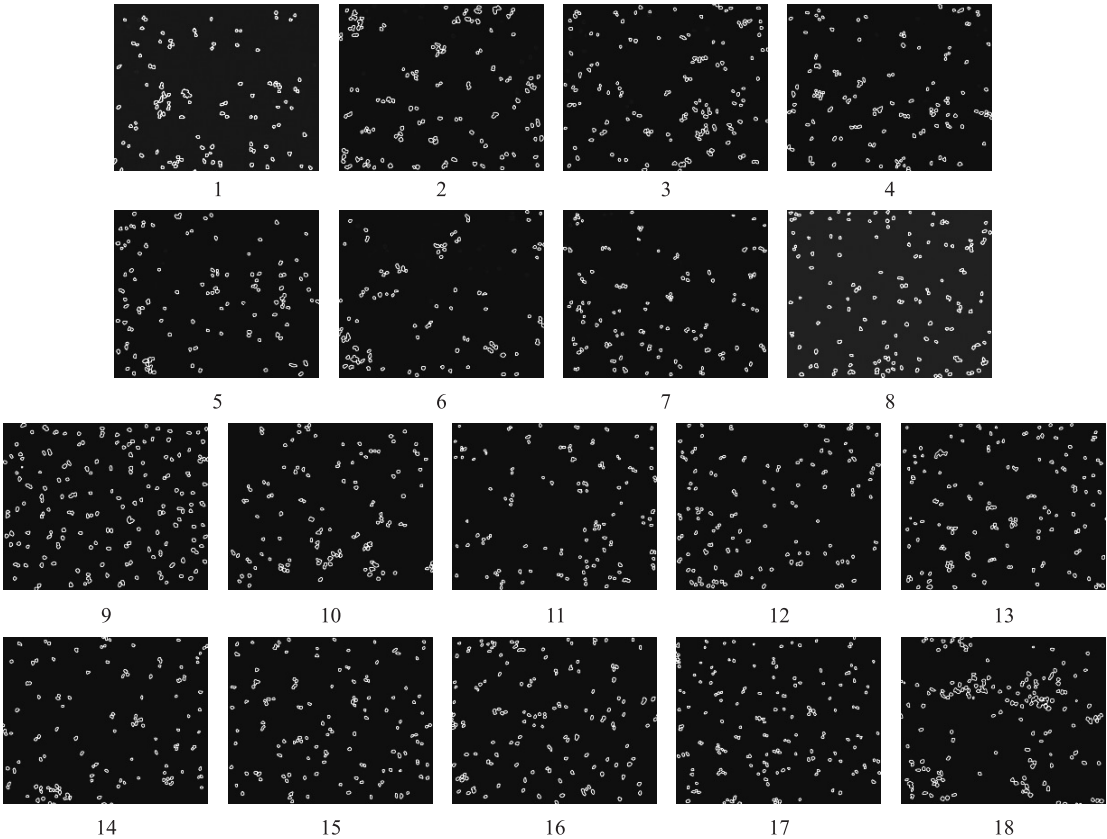


图 6 正交实验下局部固相分布图

Fig. 6 The partial solid phase distribution diagram under orthogonal experiment

表 4 正交试验数据表

Table 4 The orthogonal experiment data

序号	因素					固相体积分数/%
	A	B	C	D	E	
1	1	1	1	1	1	7.021
2	1	2	2	2	2	9.112
3	1	3	3	3	3	10.030
4	2	1	1	2	2	9.673
5	2	2	2	3	3	9.899
6	2	3	3	1	1	7.893
7	3	1	2	1	3	9.255
8	3	2	3	2	1	10.790
9	3	3	1	3	2	11.580
10	1	1	3	3	2	9.685
11	1	2	1	1	3	7.852
12	1	3	2	2	1	9.836

续表 4 Table 4 continued

序号	因素					固相体积分数/%
	A	B	C	D	E	
13	2	1	2	3	1	9.512
14	2	2	3	1	2	8.532
15	2	3	1	2	3	10.52
16	3	1	3	2	3	10.99
17	3	2	1	3	1	10.15
18	3	3	2	1	2	10.68
$K_1$	0.089 2	0.095 60	0.094 70	0.085 4	0.092 00	
$K_2$	0.093 4	0.093 90	0.097 20	0.102 0	0.098 80	
$K_3$	0.106 0	0.101 00	0.096 50	0.101 0	0.097 60	
$R$	0.016 8	0.007 10	0.002 50	0.016 6	0.006 80	
主次顺序	A>D>B>E>C					
优水平	A3	B3	C2	D2	E2	
优组合	A3 B3 C2 D2 E2					

## 2.2 最优工艺条件确定

从表 4 结果可知,促进搅拌釜内粉末状叔戊醇钾分散的最优组合为 A3B3C2D2E2,即搅拌桨为 SG-6(2) 型搅拌桨、挡板安装角度为  $90^\circ$ 、釜内温度为  $160\sim 165\text{ }^\circ\text{C}$ 、搅拌转速为  $150\sim 155\text{ r/min}$ 、搅拌时间为  $30\text{ min}$ . 以此为条件继续进行搅拌混合实验,在选取的拍照测量点 A 进行拍照取样(如图 7),计算局部固相体积分数为  $11.98\%$ ,优于之前所有实验组合。

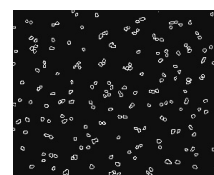


图 7 最优组合局部固相分布图

Fig. 7 The partial solid phase distribution diagram under optimal combination

## 3 结论

(1) 针对叔戊醇钾的二次混合溶解问题,设计了搅拌混合实验装置,采用自行开发的新型多相流图像识别系统,通过对局部固相体积分数的分析,检测实验过程中液固两相流混合效果。

(2) 通过五因素三水平的正交试验方法,研究了叔戊醇钾搅拌混合的各因素交互作用,确定了最佳工艺条件为:SG-6(2) 搅拌桨搭配安装角度  $\theta=90^\circ$  的挡板,操作温度为  $160\sim 165\text{ }^\circ\text{C}$ ,搅拌速度为  $150\sim 155\text{ r/min}$ ,搅拌时间为  $30\text{ min}$ ,此时该体系固相体积分率达到  $11.98\%$ ,实现了液固两相混合效果的强化,为后续工业化实验及装置设计提供了基础数据。

## [参考文献] (References)

- [1] 蔡玲玲. 碱金属醇盐生产过程混合溶剂的回收应用[D]. 南京:南京师范大学,2016.  
CAI L L. The recycling and utilization of mixed solvents in the manufacturing of alkali metal alkoxide[D]. Nanjing: Nanjing Normal University, 2016. (in Chinese)
- [2] 赫奕梅,李伸荣. 叔丁醇钾催化合成 N,N-二苯基叔胺类化合物[J]. 化学世界,2015,56(2):71-73.  
HE Y M, LI S R. Catalytic synthesis of N,N-diphenyl tertiary amines by potassium tert-butoxide[J]. Chemical world, 2015, 56(2):71-73. (in Chinese)
- [3] 黄青兰,谭志强,于长江,等. 叔丁醇钾催化芳甲基叠氮化合物合成芳醛和芳酮的反应研究[J]. 有机化学,2017,37(1):97-102.  
HUANG Q L, TAN Z Q, YU C J. Research for the t-BuOK-catalyzed synthesis of aromatic aldehydes and ketone from arylmethyl azides[J]. Chinese journal of organic chemistry, 2017, 37(1):97-102. (in Chinese)
- [4] 叶明,王玉荣,顾明初. 碱金属醇盐和碱金属酚盐的合成及其在橡胶中的应用[J]. 合成橡胶工业,2002,25(3):182-185.  
YE M, WANG Y R, GU M C. Synthesis of alkali metal alkoxides (phenoxides) and their applications in rubber[J]. China synthetic rubber industry, 2002, 25(3):182-185. (in Chinese)
- [5] 令狐文生,刘振宇,钟炳,等. 碱金属醇盐甲醇羰基化催化剂活性研究[J]. 燃料化学学报,2000,28(3):233-237.

- LINGHU W S, LIU Z Y, ZHONG B, et al. Study on activity of alkali methoxide catalysts for carbonylation of methanol[J]. Journal of fuel chemistry and technology, 2000, 28(3): 233-237. (in Chinese)
- [6] 项青雅, 厉嘉云, 彭家建, 等. 叔丁醇钾催化酮硅氢加成反应[J]. 化学学报, 2010, 68(4): 363-366.
- XIANG Q Y, LI J Y, PENG J J, et al. Catalytic hydrosilylation of ketones using KOBu-t[J]. Acta chimica sinica, 2010, 68(4): 363-366. (in Chinese)
- [7] 崔刚, 卢春喜. 环管反应器内温度与固相的分布特性[J]. 石化技术与应用, 2013, 31(1): 1-6.
- CUI G, LU C X. Characteristics of temperature and solid phase distributions in a loop reactor[J]. Petrochemical technology & application, 2013, 31(1): 1-6. (in Chinese)
- [8] 赵晓亮, 孟凡英. 叶片转速对搅拌机内部流场影响的数值模拟[J]. 辽宁工程技术大学学报, 2015, 36(6): 740-743.
- ZHAO X L, MENG F Y. Numerical simulation for effect of rotate speed of vanes on flow field in mixing machine[J]. Journal of Liaoning technical university, 2015, 36(6): 740-743. (in Chinese)
- [9] MICALE G, GRISAFI F, BRUCATO A. Assessment of particle suspension conditions in stirred vessels by means of pressure gauge technique[J]. Chemical engineering research & design, 2002, 80(8): 893-902.
- [10] ZHANG Q H, YONG Y M, MAO Z S, et al. Experimental determination and numerical simulation of mixing time in a gas-liquid stirred tank[J]. Chemical engineering science, 2009, 64(12): 2926-2933.
- [11] NOURI J M, WHITELAW J H. Particle velocity characteristics of dilute to moderately dense suspension flows in stirred reactors[J]. International journal of multiphase flow, 1992, 18(1): 21-33.
- [12] 周三平, 蔡婵, 谷平. 新型挡板对搅拌特性的影响研究[J]. 化工技术与开发, 2017, 46(3): 40-44.
- ZHOU S P, CAI C, GU P. Study on influence of new baffle on stirring characteristics[J]. Technology & development of chemical industry, 2017, 46(3): 40-44. (in Chinese)
- [13] 付双成, 桂挺, 袁惠新, 等. 指状挡板对轴流式搅拌釜内固液悬浮影响的数值模拟[J]. 石油化工, 2017, 46(12): 1507-1513.
- FU S C, GUI T, YUAN H X, et al. Numerical simulation of the finger baffle effect on the solid-liquid suspension in axial stirred tank[J]. Petrochemical technology, 2017, 46(12): 1507-1513. (in Chinese)
- [14] 孟汉卿. 工业规模大长径比搅拌釜混合效率的数值模拟[D]. 烟台: 烟台大学, 2017.
- MENG H Q. Numerical simulation of mixing efficiency in industrial scale stirred tank with large high height-diameter ratio[D]. Yantai: Yantai University, 2017. (in Chinese)
- [15] WESTHUIZEN A P V D, DEGLON D A. Evaluation of solids suspension in a pilot-scale mechanical flotation cell: the critical impeller speed[J]. Minerals engineering, 2007, 20(3): 233-240.

[责任编辑: 严海琳]