

А. А. Гайнанова, А. Н. Горшунова, Н. С. Гришин

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕХАНИЗИРОВАННЫХ УСТРОЙСТВ ПРИ АНАЛИЗЕ МИКРОПРИМЕСЕЙ

Ключевые слова: аппарат шнекового типа, экстракция, разделение фаз.

Изготовлен и разработан экстрактор шнекового типа для предварительной подготовки проб к анализу загрязнений окружающей среды микропримесями органических веществ. Изучен процесс экстракции с использованием метода математического планирования эксперимента.

Keywords: auger-type apparatus, extraction, phase separation.

Auger-type extractor for preliminary preparation of samples for analysis of environmental pollution traces contamination of organic substances were made and designed. The process of extraction using the method of mathematical planning of the experiment has been explored.

В настоящее время в лабораториях в основном применяют устаревшие конструкции аппараты, которые не соответствуют требованиям экспресс анализа и совершенствованию и автоматизации подготовки проб к химическому анализу. Обработывались системы: твердая проба-растворитель, жидкая проба-растворитель. Для системы твердая проба-растворитель обработка метода проводилось на центрифуге, а для системы жидкая проба-растворитель - на аппарате шнекового типа[1],[2].

Был изготовлен макетный образец шнекового экстрактора с рабочим объемом 100 см³, на котором проводились экспериментальные работы по возможности извлечения продуктов из воды. В качестве экстрагента был применен хлороформ. Во время экспериментов переменными были приняты 2 фактора:

- 1) число оборотов шнека;
- 2) время экстракции;

Эти факторы менялись в следующих пределах: число оборотов шнека, n 700÷1200 об/мин, $t_э$ 1÷3 мин. остальные условия выдерживались постоянными. Начальная концентрация продукта в воде 5×10^{-4} мг/мл.

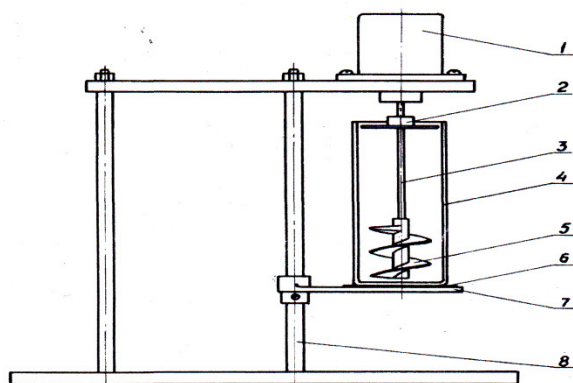


Рис. 1 - Макетный образец шнекового экстрактора: 1 - электродвигатель; 2 - отражатель; 3 - вал; 4 - стакан; 5 - шнек; 6 - резиновая подкладка; 7 - поворотный столик; 8 - стойка

Таблица 1 – Экспериментальные результаты, которые получились на макетном образце

$t_э$	n				
	700	800	700	1000	1100
	% извлечения				
1	40,5	63	72,5	76,5	82,5
2	54,5	77,5	84,5	99,7	90,5
3	92	98	99,3	99,9	98,1

По экспериментальным результатам построен график %извл.=f($n, t_э$).

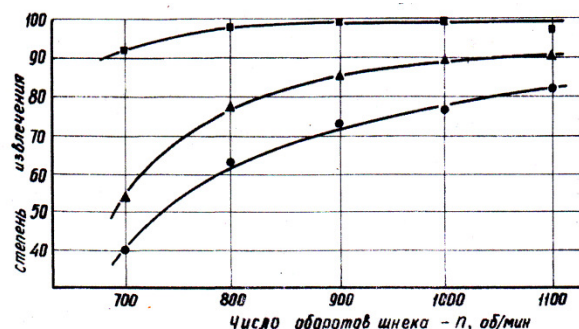


Рис. 2 – Зависимость степени извлечения от числа оборота шнека и времени: ● - время экстракции $t_э=1$ мин.; ▲ - время экстракции $t_э=2$ мин.; ■ - время экстракции $t_э=3$ мин.

Экстракция проводилась 10мл хлороформа с последующим разделением в делительной воронке в течение 10 мин.

Из таблицы 1 и графика видно, что максимальный процент извлечения продукта получен при числе оборотов шнека $n=800 \div 1100$ об/мин и времени экстракции $t_э=3$ мин.

Данные, приведенные в таблице, получены путем усреднения результатов параллельных опытов, при этом следует отметить достаточно высокую сходимость, что говорит о постоянстве гидродинамического режима в экстракционном стакане.

Испытания макетного образца шнекового экстрактора с рабочим объемом 100 см³ показали, что подобный тип экстрактора может быть использован для извлечения спец продуктов из воды

хлороформом, при этом необходимость параллельных опытов значительно выше, чем при ручной экстракции, процент извлечения вещества также возрос по сравнению с ручным методом.

Поэтому был разработан и изготовлен лабораторный образец шнекового экстрактора с рабочим объемом 200 см³. Образец выполнен в виде аппарата настольного типа с вертикальным расположенным валом (рис. 3)[3].

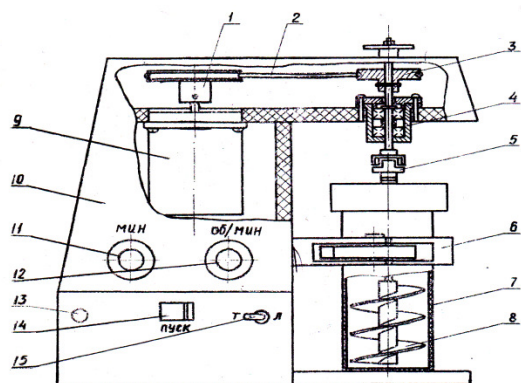


Рис. 3 – Лабораторный образец шнекового экстрактора: 1 - шкив; 2 – приводной ремень; 3 – шкив; 4 – подшипниковый узел; 5 – муфта; 6 – зажим; 7 – стакан; 8 – шнек; 9 – электродвигатель; 10 – стойка; 11 – ручка установки времени процесса; 12 – ручка установки числа оборотов шнека; 13 – сигнальная лампа; 14 – пусковая кнопка; 15 – тумблер переключения направления вращения шнека

В качестве перемешивающего органа использован шнек, выполненный из фторопласта. Шнек приводится во вращение электродвигателем через ременную передачу. Скорость вращения шнека можно варьировать от 600 до 1200 об/мин. Для задания необходимой продолжительности процесса экстракции в аппарате установлено реле времени. Процесс экстракции производится в цилиндрическом стакане, выполненном из фторопласта. Для удобства эксплуатации (дегазации после обработки каждой пробы) стакан со шнеком выполнены единым узлом, позволяющим производить их быструю замену в процессе работы [4].

Разделение фаз после экстракции производилось в делительной воронке под действием сил тяжести. Было испытано устройство для разделения фаз электромагнитным управлением (рис. 4), которая представляет собой делительную воронку с электромагнитным клапаном, срабатывающим в зависимости от электропроводности проходящей через электроды жидкости. Известно, что вода электропроводна, а органические растворители неэлектропроводные.

В таблице 2 приведены экспериментальные результаты по экстракции продукта из воды хлороформом.

Начальная концентрация $6 \div 7 \times 10^{-7}$ мг/мл
Число оборотов шнека $n = 700 \div 1200$ об/мин
Объем пробы - 200 см³

Объем экстрагента (хлороформа) - 10 см³
Время экстракции - 3 мин
Время разделения - 10 мин
Шнек с шагом наливки - 16 мм.

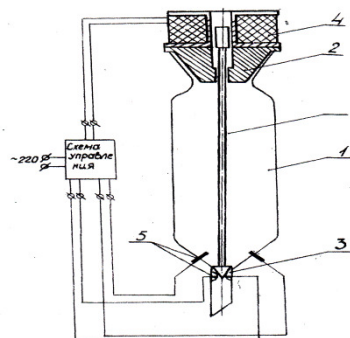


Рис. 4 – Устройство для разделения фаз электромагнитным управлением

Таблица 2 – Экспериментальные данные для лабораторного образца шнекового экстрактора

п	Число оборотов шнека					
	700	800	900	1000	1100	1200
% извлечения	38,6	16,6	40,8	42,6	15	34,3
	37,6	15	40,8	41,7	18,7	34,3
	35,7	12,5	42,6	41,7	15,7	34,3
	40	17,5	40		15	
	33	11,3	40		11	
	33				11,3	

При изучении продукта из воды в CCl₄ для нахождения оптимальных условия экстракции с использованием шнекового экстрактора, был применен метод математического планирования эксперимента. Планирование эксперимента позволяет варьировать одновременно все факторы и получать количественные оценки основных эффектов и эффектов взаимодействия [5]. В результате анализа проводимого процесса экстракции было выделено 7 факторов оказывающих или могущих оказывать влияние на процесс.

Z1-число оборотов, об/мин;
Z2-шаг шнека, мм;
Z3-время экстракции, мин;
Z4-отношение внутреннего диаметра стакана к диаметру шнека;
Z5-объем экстрагента, см³;
Z6-начальная концентрация, мг/мл;
Z7-pH воды;

Таблица 3 – Факторы, влияющие на процесс

Уровни факторов	Z ₁	Z ₂	Z ₃	Z ₄	Z ₅	Z ₆	Z ₇
+1	1200	24	4	1,19	10	1·10 ⁻³	9
Осн. уровень Z _i ⁰	950	18	3	1,26	7,5	1·10 ⁻⁴	7
-1	700	12	2	1,33	5	1·10 ⁻⁵	5
Интервал ΔZ _i	250	6	1	0,07	2,5	1·10 ⁻¹	2

Для определения коэффициентов уравнения регрессии описывающего процесс $\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_5x_5 + b_6x_6$ использованы 1/6 от ПФЭ 2^7 с генерирующими соотношениями:

$$1) \quad X_4 = -X_1 \cdot X_2; \quad X_5 = -X_1 \cdot X_3; \\ X_6 = -X_2 \cdot X_3; \quad X_7 = -X_1 \cdot X_2 \cdot X_3;$$

$$2) \quad X_4 = X_1 \cdot X_2; \quad X_5 = X_1 \cdot X_3; \quad X_6 = X_2 \cdot X_3; \\ X_7 = X_1 \cdot X_2 \cdot X_3;$$

В результате математической обработки экспериментальных результатов получено уравнение регрессии $\hat{y} = 8,46 + 3,575 \cdot Z_3 + 31,28 \cdot Z_4 + 1,7 \cdot Z_5 - 3,98 \cdot Z_7$ адекватно описывающий данный процесс.

Факторы Z_1 , Z_2 , Z_6 является незначительными и на конечную величину особого влияния не оказывает.

Из уравнения регрессии следует, что оптимальными будут следующие условия:

Z_3 -на верхнем уровне, 4 мин;

Z_4 -на верхнем уровне, 1,19;

Z_5 -на верхнем уровне, 10 см³;

Z_7 -на нижнем уровне, 5;

Таким образом, установлены факторы, влияющие на процесс проведения подготовки проб к химическому анализу, с использованием методов

математического моделирования, для использования при разработке автоматизированных устройств и выбраны их оптимальные значения.

Литература

1. Гайнанова А.А., Горшунова А.Н., Гришин Н.С. Аппаратурное оформление подготовки проб к анализу микропримесей, Вестник технологического университета, 2013, №16, с. 262-264.
2. Камалиев Т.С., Елизаров Д.В., Елизаров В.В. Модель нестационарного массопереноса в процессах жидкостной экстракции при перемешивании фаз, Вестник технологического университета, 2012, №12, с. 140-145.
3. Пат. 134070 Российская Федерация, МПК В 01 D 11/00. Экстрактор шнековый / Гришин Н.С., Горшунова А.Н., Гришин С.Н.; заявитель и патентообладатель Казан.науч.ислед.ун-т.-№2013120705/05 заявл. 6.05.13; опубл.10.10.13, Бюл.№31.
4. Пат. 75954 Российская Федерация, МПК В 01 D11/00. Экстрактор шнековый / Гришин Д.Н., Гришин С.Н, Поникаров С.И.; заявитель и патентообладатель Казан.науч.ислед.ун-т.-№2008115318/22; заявл. 11.04.08; опубл.10.09.08, Бюл.№25.
5. Ахназарова С.Л., Кафаров В.В. Оптимизация эксперимента в химии и химической технологии/С.Л. Ахназарова, В.В. Кафаров-М.: Высшая школа,1978.- 319с.

А. А. Гайнанова – магистрант каф. машин и аппаратов химических производств КНИТУ, aliya3190@rambler.ru;
А. Н. Горшунова - эксперт-криминалист Министерства Внутренних дел РТ; **Н. С. Гришин** – д-р техн. наук, проф. каф. машин и аппаратов химических производств КНИТУ.