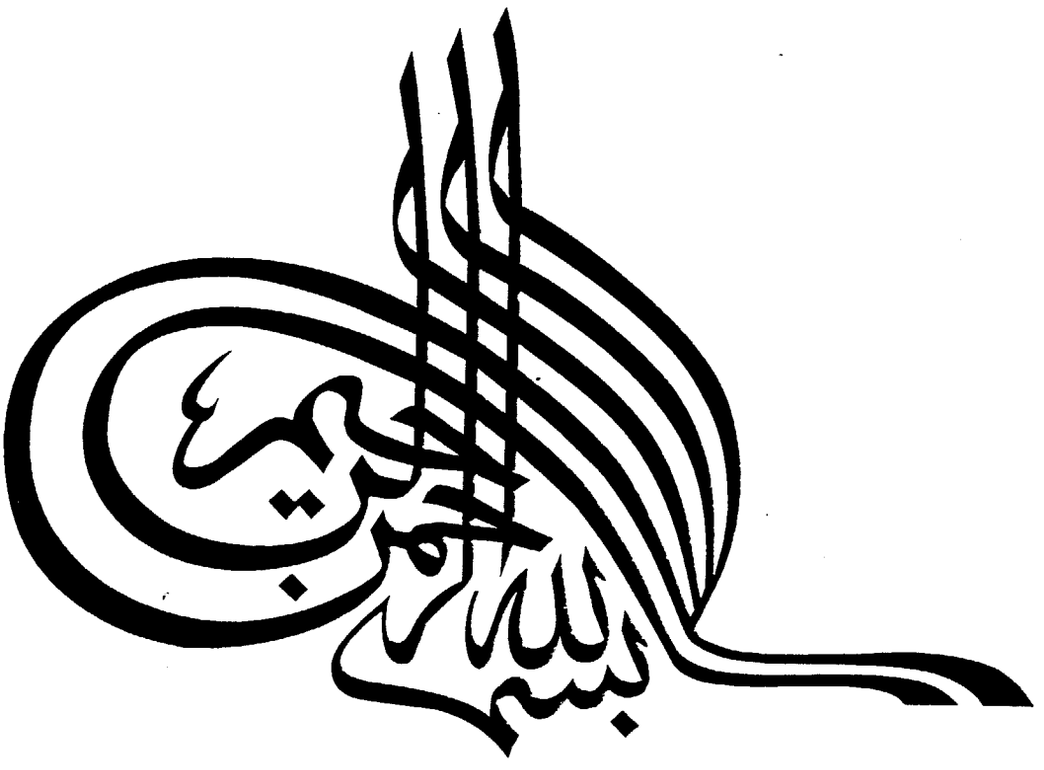

٣٩٣٤٨

۱۳۸۱ /۲/ ۱۰
017304
0 .283
۳۹۳۴۸

دانشگاه تربیت مدرس

دانشکده فنی و مهندسی

پایان‌نامه دوره کارشناسی ارشد

مهندسی شیمی ـ فرآیند جداسازی

ساخت کریستالیزور DTB به همراه سیکل سرمایش جهت تعیین سینتیک و خالص سازی اسید فسفریک

مهدی ترکش اصفهانی

استاد راهنما

دکتر مهرداد منطقیان

استاد مشاور

دکتر پهلوانزاده

زمستان ۱۳۸۰

دانشگاه تربیت مدرس

تاییدیه هیات داوران

آقای مهدی ترکش اصفهانی پایان‌نامه ۶ واحدی خود را با عنوان ساخت کریستالیزور DTB به همراه سیکل سرمایش جهت تعیین سینتیک و خالص‌سازی اسید فسفریک در تاریخ ۸۰/۱۲/۲۲ ارائه کردند. اعضای هیات داوران نسخه نهائی این پایان‌نامه را از نظر فرم و محتوی تایید و پذیرش آنرا برای تکمیل درجه کارشناسی ارشد رشته مهندسی شیمی با گرایش جداسازی پیشنهاد می‌کنند.

اعضای هیات داوران	نام و نام خانوادگی	امضاء
۱ـ استاد راهنما :	آقای دکتر منطقیان	
۲ـ استاد مشاور :	آقای دکتر پهلوانزاده	
۳ـ استادان ممتحن :	آقای دکتر صدرعاملی	
	آقای دکتر باستانی	
۴ـ مدیر گروه : (یا نمایندهٔ گروه تخصصی)	آقای دکتر زرین‌قلم	

این نسخه به عنوان نسخه نهایی پایان‌نامه / رساله مورد تأیید است.

امضای استاد راهنما:

بسمه‌تعالی

۱۳۸۱ /۲/ ۱۰

آیین‌نامهٔ چاپ پایان‌نامه (رساله)های دانشجویان دانشگاه تربیت مدرّس

نظر به اینکه چاپ و انتشار پایان‌نامه (رساله)های تحصیلی دانشجویان دانشگاه تربیت مدرّس، مبیّن بخشی از فعالیتهای علمی - پژوهشی دانشگاه است بنابراین به منظور آگاهی و رعایت حقوق دانشگاه، دانش‌آموختگان این دانشگاه نسبت به رعایت موارد ذیل متعهد می‌شوند:

مادّهٔ ۱ در صورت اقدام به چاپ پایان‌نامه (رساله)ی خود، مراتب را قبلاً به طور کتبی به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اطلاع دهد.

مادّهٔ ۲ در صفحهٔ سوم کتاب (پس از برگ شناسنامه)، عبارت ذیل را چاپ کند:

«کتاب حاضر، حاصل پایان‌نامهٔ کارشناسی ارشد/رسالهٔ دکتری نگارنده در رشتهٔ است که در سال در دانشکدهٔ دانشگاه تربیت مدرّس به راهنمایی سرکار خانم/جناب آقای دکتر ، مشاورهٔ سرکار خانم/جناب آقای دکتر و مشاورهٔ سرکار خانم/جناب آقای دکتر از آن دفاع شده است.»

مادّهٔ ۳ به منظور جبران بخشی از هزینه‌های انتشارات دانشگاه، تعداد یک درصد شمارگان کتاب (در هر نوبت چاپ) را به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اهداکند. دانشگاه می‌تواند مازاد نیاز خود را به نفع مرکز نشر در معرض فروش قرار دهد.

مادّهٔ ۴ در صورت عدم رعایت مادّهٔ ۳، ۵۰٪ بهای شمارگان چاپ‌شده را به عنوان خسارت به دانشگاه تربیت مدرّس، تأدیه کند.

مادّهٔ ۵ دانشجو تعهد و قبول می‌کند در صورت خودداری از پرداخت بهای خسارت، دانشگاه می‌تواند خسارت مذکور را از طریق مراجع قضایی مطالبه و وصول کند؛ به علاوه به دانشگاه حق می‌دهد به منظور استیفای حقوق خود، از طریق دادگاه، معادل وجه مذکور در مادّهٔ ۴ را از محلّ توقیف کتابهای عرضه‌شدهٔ نگارنده برای فروش، تأمین نماید.

مادّهٔ ۶ اینجانب [illegible] دانشجوی رشته [illegible] مقطع کارشناسی ارشد تعهد فوق و ضمانت اجرایی آن را قبول کرده، به آن ملتزم می‌شوم.

نام و نام‌خانوادگی: [illegible]

تاریخ و امضا: ۸۱/۱/۲۴

چکیده

اسید فسفریک یکی از پر مصرف ترین اسیدهای معدنی می باشد که به دلیل سه ظرفیتی بودن بر حسب نوع اسید مصرفی از نظر درجه خلوص، کابردهای متعددی در صنایع مختلف دارد. از جمله صنایع غذایی و داروئی که نیاز به اسید فسفریک با درجه خلوص بالا دارند. روشهای مختلفی جهت خالص سازی اسید فسفریک موجود می باشد که روش کریستالیزاسیون به دلیل تولید اسید فسفریک با درجه خلوص بالا و هزینه کمتر از ویژگی خاصی برخودار می باشد.

به منظور خالص سازی و تعیین سینتیک رشد کریستال های اسید فسفریک یک کریستالیزور از نوع DTB با ظرفیت ۹ لیتر به همراه یک سیکل تبرید جهت سرمایش مخلوط داخل کریستالیزور تا دمای C° ۲۵- طراحی و ساخته شد. به منظور هم زدن مخلوط داخل کریستالیزور نیز از یک همزن با قدرت موتور ۰/۵ اسب و پروانه‌ای به قطر ۰/۵ cm استفاده گردید.

جهت تعیین پارامترهای رشد کریستالهای اسید فسفریک، روش مشتقات اولیه فوق اشباع محلول استفاده گردید. در این روش با تعیین غلظت ودمای محلول داخل کریستالیزور در زمان های مختلف و برازش یک رابطه بین داده های دما، زمان و یک رابطه بین مقادیر فوق اشباع ، زمان و تعیین مشتقات اولیه این روابط در زمان صفر و برازش یک خط راست بر روی نقاط بدست آمده از مقادیر فوق،معادله سینتیک رشد کریستالهای اسید فسفریک بصورت زیر بدست آمد.

$$R_g = k \exp\left(\frac{-1/083 * 10^4}{T}\right) \Delta\omega^{1.28}$$

متغییرهای مؤثر در تعیین پارامترهای رشد دمای اولیه محلول، میزان فوق اشباع اولیه و میزان دانه های اولیه اضافه شده به محلول می باشند.

فهرست مطالب

عنوان | صفحه

فصل اول: خواص اسید فسفریک و کاربردهای آن

۱-۱- مقدمه ۲

۱-۲- کاربردها ۲

۱-۳- انواع اسید فسفریک ٤

۱-٤- خواص فیزیکی و شیمیایی اسید فسفریک ۸

فصل دوم: تئوری کریستالیزاسیون

۲-۱- تئوری کریستالیزاسیون ۱۳

۲-۱-۱- حلالیت ۱۳

عنوان | صفحه

۲-۱-۲- فوق اشباع ۱٤

۲-۱-۳- بیان ریاضی میزان فوق اشباع ۱۵

۲-۱-٤- هسته زایی ۱۵

۲-۱-۵- رشد کریستالها ۱٦

۲-۱-٦- تقسیم بندی ناحیه فوق اشباع ۱٦

۲-۱-۷- بیان ریاضی شدت رشد و هسته زایی ۱۷

۲-۲- هندسه ذره ۱۸

۲-۲-۱- تعیین دانه بندی ذرات با استفاده از دستگاه coulter counter ۱۹

۲-۲-۲- تعیین دانه بندی ذرات با استفاده از ستون الکها ۲۰

۲-۳- دانسیته جمعیتی ۲۱

۲-٤- ممنتوم دانه بندی ۲۳

۲-۵- معادله بیلان جمعیتی در حالت کلی ۲۵

۲-٦- مکانیزم کریستالیزاسیون ۲٦

۲-۷- تعیین اثر هیدرودینامیک با استفاده از تئوری کلموگوروف ۲۹

۲-۸- تعیین اثر هیدرودینامیک با استفاده از تئوری سرعت حدی ۳۰

۲-۹- روش تجربی تعیین ضریب انتقال جرم در ظروف دارای همزن ۳۳

۲-۱۰- محاسبه ضریب انتقال جرم از طریق داده های تجربی ۳۷

۲-۱۱- تعیین دانه بندی محصولات یک کریستالیزور ۳۹

۲-۱۲-۱- تعیین دانه بندی محصول یک کریستالیزور با استفاده از بیلان جرم M cCabe ΔL Law ٤۰

عنوان | صفحه

۲-۱۲-۲- تعیین دانه بندی محصول کریستالیزور ناپیوسته به روش S-Plaine Analysis ٤١

۲-۱۳- اصول طراحی کریستالیزورهای تبریدی ناپیوسته ٤٣

۲-۱۳-۱- تبرید طبیعی ٤٣

۲-۱۳-۲- تبرید خطی ٤٦

۲-۱۳-۳- تبرید همراه با فوق اشباع ثابت ٤٦

۲-۱٤- تعیین پارامترهای رشد در کریستالیزورهای تبریدی ناپیوسته از طریق مشتقات اولیه فوق اشباع محلول ٥١

۲-۱٤-۱- مدل ریاضی ٥١

۲-۱٤-۲- روش تجربی ٥٤

فصل سوم: ساخت کریستالیزور DTB به همراه سیکل تبرید

۳-۱- فرآیند تبرید ٥٦

۳-۲- سیکل تراکمی بخار ٥٦

۳-۳- اجزاء اصلی سیکل تراکمی بخار ٥٩

۳-۳-۱- مبردها ٥٩

۳-۳-۲- اواپراتورها ٦٠

۳-۳-۲-۱- کنترل روغن در درافت تیوب ٦٤

۳-۳-۳- کمپرسورها ٦٤

۳-۳-٤- کندانسورها ٦٧

عنوان	صفحه

۳-۳-۵- وسایل انبساط ۶۹

فصل چهارم: نحوه انجام آزمایشات و نتایج حاصل از آن

٤-۱- اسید فسفریک و مشکلات کریستالیزاسیون ۷۵

٤-۲- تشریح فرآیند تولید دانه های اولیه مورد نیاز جهت کریستالیزاسیون ۷۶

٤-۳- پارامترهای موثر بر روی فرآیند کریستالیزاسیون اسید فسفریک ۷۷

٤-٤- تعیین میزان دانه اولیه حاصله با استفاده از سرمایش ۷۸

٤-۵- تعیین غلظت اسید فسفریک ۷۹

٤-٦- نحوه انجام آزمایشات به منظور تعیین سینتیک رشد کریستالهای اسید فسفریک به روش مشتقات اولیه و نتایج حاصل از آن ۸۱

٤-۷- نحوه محاسبه محصول تولیدی ۸۵

٤-۸- آنالیز محصول تولیدی ۸۶

فهرست منابع و مراجع ۸۸

پیوست

کاتالوگ انتخاب کمپرسور ۹۲

نحوه انتخاب کندانسور ۹٤

کاتالوگ انتخاب کندانسور ۹۵

نتایج حاصل از محاسبه جرم محصول تولیدی ۹۶

واژه نامه انگلیسی به فارسی ۹۷

فهرست اشکال

عنوان — صفحه

شکل (۱-۱) دیاگرام فازی اسید فسفریک-آب ۸

شکل (۱-۲) تغییرات ظرفیت گرمایی اسید فسفریک با دما ۱۰

شکل (۲-۱) منحنی شماتیک حلالیت ۱٤

شکل (۲-۲) بیان میزان فوق اشباع با منحنی حلالیت ۱۵

شکل (۲-۳) نمایش شماتیک نواحی پایدار ،ناپایدار و شبه پایدار ۱۷

شکل (۲-٤) دستگاه Coulter Counter ۱۹

شکل (۲-۵) منحنی توزیع وزنی ذرات ۲۲

شکل (۲-٦) منحنی شماتیک دانسیته جمعیتی ذرات ۲۳

شکل (۲-۷) نمودار یک کریستالیزور ۲۵

شکل (۲-۸) مکانیسم رشد کریستال و مراحل انتقال جرم ۲۷

شکل (۲-۹) منحنی تغییر مقدار i ۳۲

شکل (۲-۱۰) اثر سرعت همزن بر ضریب انتقال جرم ۳٤

شکل (۲-۱۱) منحنی تغییرات عدد توانی با عدد رینولدز ۳۵

شکل (۲-۱۲) کریستالیزور با تبرید طبیعی ٤٤

شکل (۲-۱۳) تغییرات فوق اشباع با زمان در تبرید طبیعی ٤۵

شکل (۲-۱٤) تغییرات دمای کریستالیزاسیون با زمان در تبرید طبیعی ٤۵

شکل (۲-۱۵) تغییرات فوق اشباع با زمان در تبرید خطی ٤٦

شکل (۲-۱٦) تغییرات دمای کریستالیزور با زمان در تبرید خطی ٤٦

عنوان	صفحه

شکل (۲-۱۷) تغییرات دما در $\Delta\omega$ ثابت ٤٩

شکل (۲-۱۸) تغییرات دمای کریستالیزورها در رژیم های مختلف سرمایش ٥٠

شکل (۲-۱۹) تغییرات دما در رژیم های مختلف سرمایش ٥٠

شکل (۲-۲۰) تغییرات فوق اشباعی در رژیم های مختلف سرمایش ٥٠

شکل (۲-۲۱) تغییرات دیفرانسیلی دمای کریستالیزورها در رژیم های مختلف سرمایش ٥٠

شکل (۳-۱) سیکل تراکمی بخار یک مرحله ای ودیاگرام فشار - آنتالپی ٥٨

شکل (۳-۲) نمایی از کریستالیزور DTB ساخته شده ٦٢

شکل (۳-۳) نمایی از ابعاد کریستالیزور DTB ٦٣

شکل (۳-٤) شیر انبساط الکترواستاتیکی ٧٠

شکل (۳-٥) شیر انبساط ترمواستاتیکی با جبران کننده خارجی ٧١

شکل (۳-٦) کریستالیزور DTB و همزن آن ٧٢

شکل (۳-۷) کریستالیزور DTB و سیستم سرمایش آن ٧٣

شکل (٤-۱) منحنی تیتراسیون اسید فسفریک با NaOH ٨٠

شکل (٤-۲) منحنی تغییرات دما با زمان(E-3,E-2,E-1) ٨٢

شکل (٤-۳) منحنی تغییرات دما با زمان(E-5,E-4) ٨٢

شکل (٤-٤) منحنی تغییرات فوق اشباع با زمان ٨٣

شکل (٤-٥) منحنی تعیین پارامترهای سینتیکی رشد کریستالهای اسید فسفریک ٨٤

مرکز اطلاعات و مدارک علمی ایران

فهرست جداول

عنوان — صفحه

جدول (۱-۱) مشخصات فیزیکی و شیمیایی اسید فسفریک مصرفی در صنایع غذایی..... ۵

جدول (۱-۲) آنالیز و مشخصات شیمیایی اسید فسفریک از نوع صنعتی موردمصرف در صنایع..... ٦

جدول (۱-۳) آنالیز اسید فسفریک جهت مصارف آزمایشگاهی ۷

جدول (۱-٤) مشخصات فیزیکی و شیمیایی اسید فسفریک نوع تجارتی ۷

جدول (۱-۵) تغییرات دانسیته اسید فسفریک با دما در غلظتهای بالاتر از ٦۰٪ ۹

جدول (۱-٦) خواص اسید فسفریک ۱۱

جدول (۱-۷) نقطه جوش و انجماد اسید فسفریک در غلظتهای مختلف ۱۱

جدول (۲-۱) مقادیر f_a ،f_v و F برای اشکال هندسی مختلف ۱۹

جدول (۳-۱) مشخصات فریون ۲۲ ..... ٦۰

جدول (٤-۱) مقادیر ماگما و دانه اضافه شده در هر آزمایش ۷۹

جدول (٤-۲) نتایج آزمایشات کریستالیزاسیون اسید فسفریک ۸٤

جدول (٤-۳) آنالیز اسید اولیه و محصول تولیدی ۸۷

علائم و نشانه ها

A	سطح، m^2
B	شدت هسته زائی، $\frac{\text{تعداد}}{m^3.sec}$
$\bar{B}(L)$	شدت تولید کریستال با اندازه L، $\frac{\text{تعداد}}{m^3.sec}$
b	توان شدت هسته زائی
C_p	ظرفیت گرمایی ویژه، $\frac{J}{kg.^\circ C}$
$\bar{D}(L)$	شدت از بین رفتن ذرات با اندازه L، $\frac{\text{تعداد}}{m^3.sec}$
D	ضریب نفوذ، $\frac{m^2}{sec}$
d_p	اندازه متوسط ذرات، m
F	ضریب شکل ویژه
f_s یا f_a	ضریب شکل سطحی
f_v	ضریب شکل حجمی
G	سرعت رشد خطی کریستال، m/sec
gr	توان سرعت رشد خطی
g	توان فلاکس رشد،
K	ثابت فلاکس رشد، $\frac{gr}{Cm^2.min}(\frac{gr}{gr\ Solvent})^g$
K_{gr}	ثابت سرعت رشد، $\frac{m}{sec}(\frac{\text{حل شونده } kg}{\text{حلال } kg})^{gr}$
k_d	ثابت انتقال جرم، $\frac{kg}{m^2.sec}$
k_r	ثابت واکنش سطحی، $\frac{kg}{m^2.sec}$
k_p	ضریب انتقال جرم در حالتی که تمام ذرات معلق هستند، $\frac{kg}{m^2.sec}$

K_t	ضریب انتقال جرم در حالتی که ذرات در سرعت حدی خود هستند، $\frac{kg}{m^2.sec}$
L	اندازه کریستال، m
M	جرم کریستال، Kg
Mg	سرعت مرحله نفوذ فیزیکی، $\frac{kg}{m^2.sec}$
M'g	سرعت واکنش سطحی، $\frac{kg}{m^2.sec}$
M_L	وزن ذرات تا اندازه L، kg
M_p	جرم یک کریستال، Kg
m	جرم محلول، Kg
N	تعداد ذرات در واحد حجم
N_{js}	سرعت همزن جهت تعلیق کامل، Hertz یا Rad/sec
n	تعداد ذرات
n(L)	دانسیته جمعیتی، $\frac{\text{تعداد}}{kg \text{ حلال}.m}$
P	توان همزن، j/sec
Q	دبی، m^3/sec
q	حرارت انتقال یافته، j/sec
r	درجه واکنش سطحی
r_n	سرعت هسته زائی، $\frac{kg}{m^2.sec}$
R	شعاع ذره، m
$Re=\frac{\rho vd}{\mu}$	عدد رینولدز
R_G	فلاکس رشد، $\frac{kg}{m^2.sec}$
S	جرم حلال، Kg
$Sc=\frac{\nu}{D}$	عدد اشمیت

$Sh=\frac{KL}{D}$	عدد شروود
T	دما،درجه کلوین
t	زمان
v_c	حجم کریستالیزور، m^3
v_s	حجم یک دانه، m^3
v_T	حجم کل کریستالها، m^3
v	سرعت ذره در محلول، m/sec
v_{js}	سرعت همزن برای تعلیق تمام ذرات جامد، m/sec
v_t	سرعت حدی ذرات m/sec
W_t	جرم کل دانه ها، kg
X_B	میزان تبدیل ذره جامد
y	جزء مولی

حروف یونانی

ε	تخلخل
$\bar{\varepsilon}$	توان مصرفی همزن بر واحد جرم محلول
$\Delta\omega=\omega-\omega^*$	اختلاف غلظت
ρ	دانسیته محلول، kg/m^3
ρ_s	دانسیته کریستال، kg/m^3
ρ_a	دانسیته ظاهری، kg/m^3
δ	انرژی سطحی،
τ	زمان متوسط اقامت، sec
μ	ویسکوزیته،