بررسی پارامترهای عملیاتی مؤثر بردانه‌بندی نمک سدیم کلرید در متبلور کننده DTB در مقیاس رومیزی

محمد شاهینی، سید جواد احمدپناه، نرمین بهرامی‌آده*+
تهران، پژوهشکده توسعه صنایع شیمیایی ایران، صندوق پستی ۱۴۹۴-۱۳۱۴۵

چکیده: نمک طعام یا سدیم کلرید، یکی از موادی است که از دیرباز در رژیم غذایی انسان وجود داشته و از مهم‌ترین الکترولیت‌های موجود در مایعات بین سلولی بدن انسان است. به علت مصرف روزانه این ماده و همچنین کاربرد آن در صنایع غذایی، کیفیت آن در دنیا همواره مورد توجه بوده است. دستیابی به کیفیت بالای نمک به روش‌های متفاوت انجام می شود. روش انتخابی صنعتی برای تهیه نمک طعام خوراکی روش تبلور است. در تهیه نمک به این روش، پارامترهای عملیاتی متفاوتی بر خلوص و دانه بندی تاثیر دارند. مهم‌ترین این پارامترها بار حرارتی انتقالی به متبلور کننده، زمان اقامت ماگما در متبلور کننده، دور همزن و غلظت خوراک است. در این تحقیق، با هدف بررسی میزان تاثیر این پارامترها بر دانه بندی سدیم کلرید، متبلور کننده لوله‌ای کشانه‌ای انتخاب و در مقیاس رومیزی طراحی و ساخته شد. با استفاده از تحلیل تاگوچی اثر پارامترهای مهم در سه سطح متفاوت روی دانه‌بندی نمک طعام بلوری، طی ۹ آزمایش با دو بار تکرار (در مجموع ۱۸ آزمایش) انجام و نتیجه‌های آن به‌وسیله‌ی نرم‌افزار Qualitek-٤ تحلیل آماری شد. این آزمایش‌ها در شرایطی که مخزن متبلور کننده حاوی ۷ لیتر محلول نمک طعام بود، انجام گرفت. بررسی نتیجه‌های آزمایش‌ها نشان می‌دهد، متغیر بار حرارتی بیشترین اثر را روی دانه‌بندی فراورده‌ی نهایی دارد. غلظت خوراک و زمان اقامت به ترتیب مقام دوم و سوم اهمیت را از نظر تاثیرگذاری بر دانه بندی بلورهای نمک سدیم کلرید دارند و تاثیر دورهمزن بر دانه بندی بلورها قابل اغماض است. در پایان بهترین شرایط عملیاتی برای تولید بلورهای نمک طعام معین شد که عبارت‌اند از محلول خوراک با غلظت۳۷ درصد (برحسب سدیم کلرید)، دور همزن ۹۰۰ دور در دقیقه، زمان اقامت ۶۰ دقیقه و بار حرارتی ۵۰۰ وات.

واژه‌های کلیدی: سدیم کلرید، نمک، تبلور، متبلور کننده‌ی لوله‌ای کشانه‌ای (DTB)، هسته‌زایی، رشد.

KEY WORDS: *Sodium chloride, Salt, Crystallization, DTB Crystallizer, Nucleation, Growth.*

مقدمه

فرایند پالایش سنگ معدن نمک به روش تبلور، روش انتخابی برای تولید نمک خوراکی استاندارد است. در این روش، افزون بر مصرف کم انرژی، ناخالصی‌های موجود در خوراک جدا شده و فراورده‌ای با دانه‌بندی مناسب تهیه می‌شود. در نمک‌هایی که فرایند پالایش روی آنها صورت نگرفته، وجود عنصرهای سرب، آرسنیک، کادمیم، مس و جیوه ضایعه‌های جبران‌ناپذیری را برسلامت انسان تحمیل می‌کند.

وجود ناخالصی‌ها باعث عدم تشکیل بلورهایی با اندازه‌ی دلخواه

*عهده دار مکاتبات
+E-mail: n_bahrami@irdci.ac.ir

Archive of SID
www.SID.ir

خواهد شد و یا ممکن است بلور نمک‌های دیگری در فراورده وارد شود. علاوه‌بر ناخالصی‌ها، متغیرهای دیگری از قبیل غلظت خوراک، بار حرارتی، زمان اقامت، شکل متبلور کننده، دور همزن و نوع همزن بر دانه‌بندی سدیم کلرید تاثیر دارند. در زمینه تاثیر دور همزن بر دانه‌بندی بلورها تحقیقاتی در گذشته انجام شده است [۱].

در این پژوهش برای نخستین بار تاثیر هم‌زمان ۴ متغیر بار حرارتی انتقالی به متبلور کننده، زمان اقامت ماگما در متبلور کننده، دور همزن و غلظت خوراک بر هسته‌زایی و رشد هسته ها مورد آزمایش قرار گرفته است. هسته‌زایی و رشد هسته‌ها عامل کنترل کننده توزیع اندازه بلورها[۱] در خروجی متبلور کننده می‌باشند. کنترل توزیع اندازه‌ی بلورها در خروجی متبلور کننده به کنترل فرایند هسته‌زایی و رشد بلورها وابسته است. محققان فراوانی مکانیسم هسته‌زایی را مورد مطالعه قرار داده و مشاهدات خود را برای مدل کردن سینتیک هسته‌زایی به عنوان تابعی از شرایط عملیاتی مورد استفاده قرار داده‌اند که نتیجه‌های به‌دست آمده برای کاربردهای صنعتی قابل استفاده است. آنچه در تحقیقات مد نظر قرار می‌گیرد دستیابی به رابطه‌هایی است که بتوان آنها را برای مقیاس‌های صنعتی نیز به‌کار گرفت. در این تحقیق سعی شد با شناخت عامل‌های مؤثر بر فرایند تولید نمک پالایش شده، مسیر تولید و کنترل کیفیت این فراورده بهینه شود.

فرضیه‌های فرایند تبلور و انتخاب نوع متبلور کننده

از آنجا که کنترل هسته‌زایی و رشد بلورها در یک متبلور کننده بسیار پیچیده است، انتخاب فرایند MSMPR[۲] مناسب‌ترین روش برای انجام آزمایش‌هاست [۲]. فرضیه‌های فرایند MSMPR عبارت‌اند از:

۱ـ شرایط پایداری[۳] در آن برقرار باشد.

۲ـ هم خوردگی کاملی در متبلور کننده برقرار است، بنابراین، کلیه خواص، از جمله هسته‌زایی و رشد بلورها در تمام نقاط یکسان فرض می‌شود.

۳ـ در خوراک ورودی به متبلور کننده هیچ‌گونه ذره‌های جامدی وجود ندارد.

۴ـ ویژگی‌های فراورده‌ی خروجی با خواص مواد معلق داخل متبلور کننده یکسان است.

۵ـ بلورها در متبلور کننده شکسته یا به هم پیوسته نمی‌شوند.

۶ ـ عامل مؤثر برشکل بلورها[۴] از اندازه آنها مستقل است [۲].

از آنجاکه در شرایط انجام آزمایش، به‌کارگیری فرایند پیوسته به دلیل عدم کنترل دقیق شرایط عملیاتی متبلور کننده امکان‌پذیر نیست، از این رو از فرایند ناپیوسته در انجام آزمایش‌ها استفاده می‌شود [۳]. بررسی منحنی حلالیت نمک طعام نشان می‌دهد، تأثیر دما بر حلالیت ناچیز است، لذا بهترین انتخاب برای تبلور نمک طعام، متبلور کننده تبخیری است [۲]. با توجه به موردهای بالا که مهم‌ترین آنها کنترل آسان فرایند تبلور است، متبلور کننده DTB[۵] تبخیری انتخاب و برای آزمایش استفاده شد.

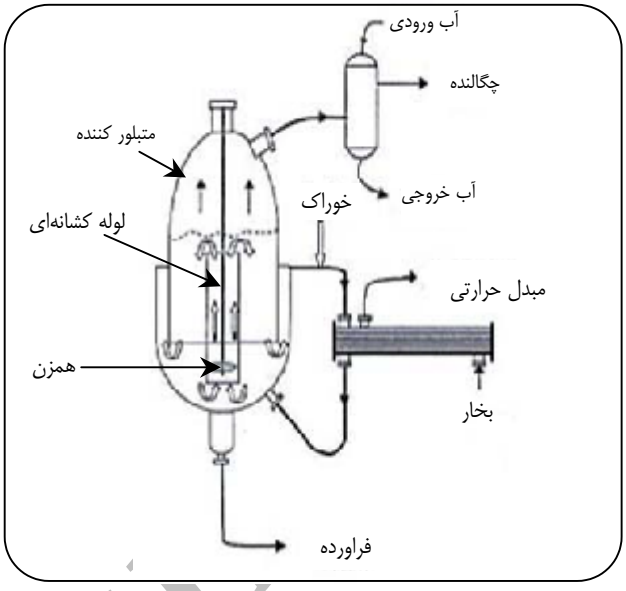
از موارد نوآوری این تحقیق انتخاب، ساخت و به‌کارگیری متبلور کننده لوله‌ای کشانه‌ای برای نمک طعام می‌باشد که برای نخستین بار انجام شده است [۴]. در ادامه به منظور آشنایی بیشتر با این نوع متبلور کننده سیستم عملکرد آن تشریح شده است.

در شکل ۱، متبلور کننده تبخیری از نوع DTB مجهز به یک سیستم گردش خارجی برای حذف ذره‌های ریز و افزایش غلظت دوغاب مشاهده می‌شود. در متبلور کننده‌های تبخیری از نوع DTB، گردش سیال نقش زیادی در میزان هسته‌زایی دارد و در این رابطه متبلور کننده‌های متفاوتی که قادر باشند در داخل خود عمل گردش سیال را انجام دهند، طراحی شده‌اند. اگر گردش سیال در داخل متبلور کننده به صورت طبیعی انجام نگیرد، برای این منظور از پمپ استفاده می‌شود. در داخل متبلور کننده DTB بلورهای نمک به کمک چرخش پروانه به حالت تعلیق درآمده و به آرامی حرکت می‌کنند. پروانه، دوغاب را به سطح مایع هدایت می‌کند و با گردش آرام از شدت فوق اشباعی می‌کاهد. دوغابی که سرد شده است به ته ظرف هدایت شده و دوباره به‌وسیله پروانه برگشت داده می‌شود. در اثر این برگشت، دوغاب با محلول گرم شده مخلوط می‌شود.

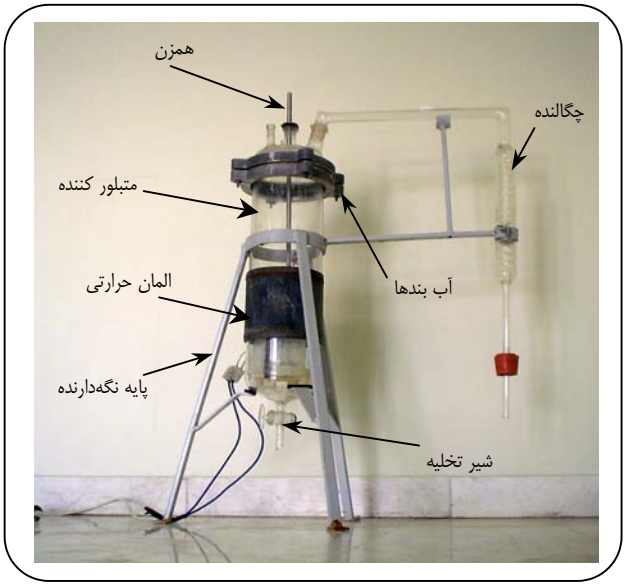
این متبلور کننده دارای نواحی سکون[۶] بوده که باعث می‌شود در حین عمل چرخش سیال، ذره‌های درشت و ریز از هم جدا شوند. ذره‌های ریز به‌وسیله‌ی لوله گردش سیال از متبلور کننده جدا شده و با مقداری از خوراک ورودی مخلوط می‌شود و سپس وارد مبدل حرارتی می‌شود تا گرم و حل شوند ولی ذره‌های درشت به قسمت پایینی متبلور کننده هدایت شده و به‌وسیله‌ی پمپ خارج می‌شوند. حرکت ذره‌های درشت به قسمت پایین متبلور کننده براساس نیروی جاذبه است [۵].

(۱) Crystal Size Distribution (CSD)
(۲) Mixed Suspension Mixed Product Removal
(۳)Steady state
(٤) Shape factor
(۵) Draft Tube Baffle (DTB)
(٦) Setting zone

Archive of SID
www.SID.ir



شکل ۱ـ نمای یک متبلور کننده DTB [۲].



شکل ۲ـ نمای متبلور کننده DTB ساخته شده.

هدف از خروج ذره‌های ریز از منطقه سکون و انحلال آنها، بالا بردن فوق‌اشباعی ماگما بوده که باعث رشد بلورهای موجود می‌شود.

تعیین ویژگی‌های متبلور کننده

با توجه به تحقیقات انجام شده، مناسب‌ترین سیستم عملیاتی برای بررسی اثر ۴ متغیر مورد بررسی، سیستم ناپیوسته است که با تغییر هر یک از متغیرها می‌توان تاثیرهای به‌وجود آمده روی دانه‌بندی فراورده را به‌صورت کمی به‌دست آورد.

از آنجا که حجم متبلور کننده بر نرخ هسته‌زایی بلورها تاثیری ندارد و فقط بر نرخ سایش بلورها مؤثر است (در متبلور کننده‌های بزرگ‌تر به‌دلیل طولانی شدن زمان گردش بلورها، فرکانس برخورد آنها کاهش و در نتیجه از میزان فرایند سایش کاسته می‌شود.) [۱] لذا متبلور کننده با حجم ۱۰ لیتر برای مقیاس رومیزی[۱] به منظور ساخت پیشنهاد و از جنس شیشه پیرکس ساخته شد (شکل ۲).

حجم ۱۰ لیتر امکان انجام آزمایش‌ها را تسهیل و سرعت کار را برای آماده‌سازی مجدد دستگاه بالا می‌برد. بر مبنای حجم متبلور کننده ساخته شده سرعت رشد خطی و زمان اقامت از رابطه‌های (۱) و (۲) به‌صورت تابعی از دور همزن محاسبه شده است [۲]:

$$G = \left[\frac{۳۰}{\alpha \rho_s K_R L_m^{۴} N^{q}}\right]^{\frac{۱}{i-۱}} \qquad (۱)$$

$$L_m = ۳/۶۵\, G\tau \qquad (۲)$$

در متبلور کننده موردنظر از بفل[۲] برای کنترل الگوی جریان و کاهش دور همزن استفاده می‌شود، همچنین با اتصال عمودی به درفت[۳] از ایجاد گردابه‌ها جلوگیری می‌شود [۵ و ۶].

همچنین در این متبلور کننده، همزن از نوع پروانه ای انتخاب شده تا نرخ هسته‌زایی که در نتیجه‌ی برخورد ذره‌ها به همزن ایجاد می‌شود کمترین مقدار گردد و از طرفی نرخ رشد بلورها افزایش یابد. همزن پروانه ای دارای مزایای ذیل است:

- الگوی جریان مناسبی را ایجاد می‌کند.
- درسرعت‌های پایین به‌ذره‌های پراکنده آسیب نمی‌رساند.
- همزن، خود را در حین چرخش تمیز می‌کند.
- در دامنه وسیعی از سرعت قابل کنترل است.
- از نظر مصرف انرژی قابل قبول است.
- با خم کردن شفت[۴] ، تشکیل گردابه به شکل دلخواه ایجاد می‌شود.

حداقل سرعت همزن (N_{js})، حدود ۴۵۰ دور در دقیقه برای ایجاد یک سوسپانسیون یکنواخت از رابطه‌ی (۳) برای دستیابی به

(۱) Bench scale
(۲) Baffle
(۳) Draft
(۴) Shaft

Archive of SID
www.SID.ir

بلورهایی به‌طول متوسط ۳۵۰ میکرومتر محاسبه شده است. این حداقل سرعت، حداکثر رشد خطی بلورها را نتیجه خواهد داد [۲].

$$N_{js} = \frac{s\upsilon^{0.1} dp^{0.2} \left(\frac{g\Delta\rho}{\rho_L}\right)^{0.45} (x)^{0.13}}{L^{0.85}} \qquad (۳)$$

بخش تجربی

مواد و دستگاه‌های لازم

ماده مصرفی در این آزمایش، نمک تصفیه نشده است و ساختار دستگاه به کار گرفته شده، مطابق شکل ۳ شامل متبلور کننده، چگالنده، همزن دور متغیر، منبع حرارتی، کمپرسور برای ایجاد خلاء، ظرف ذخیره سازی آب های جمع آوری شده، ترموکوپل، فشار سنج و لوله های ارتباطی است.

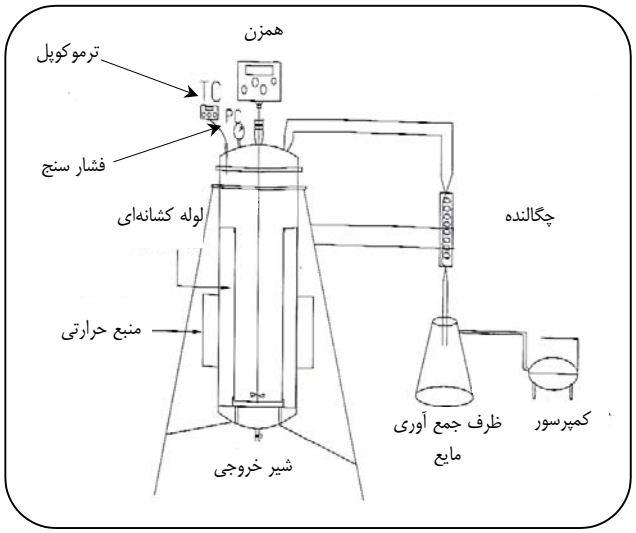
جنس متبلور کننده، از شیشه انتخاب شده تا افزون بر جلوگیری از خوردگی ناشی از نمک، امکان مشاهده فرایند تشکیل بلورها را نیز فراهم آورد. دور همزن از صفر تا ۲۵۰۰ دور در دقیقه قابل تغییر است. به دلیل بلند بودن شفت همزن، در پایین متبلور کننده یک قطعه تفلونی تراشیده نصب شده که سه عمل زیر را هم زمان انجام می‌دهد:

۱ـ نگه‌داری جدار شیشه‌ای داخلی (Draft Tube)

۲ـ نگه‌داری تیغه‌های شیشه‌ای داخلی (Baffle)

۳ـ حذف لرزش شفت در پایین متبلور کننده

روی درب متبلور کننده چهار مجرا برای ورودی شفت، فشارسنج، دماسنج و همچنین خروجی بخار تعبیه شده است. از آنجا که عملیات می‌بایست تحت خلاء انجام شود، یک سیستم شیشه‌ای مناسب برای ورودی شفت طراحی شده است. بخارهای خروجی از متبلور کننده از یک چگالنده که کنار متبلور کننده تعبیه شده است، عبور کرده و پس از میعان به وسیله‌ی آب سرد، در ظرف جمع آوری میعان‌ها جمع می‌شوند. از یک کمپرسور برای تأمین خلاء متبلور کننده استفاده شده که به‌وسیله‌ی ظرف جمع آوری میعان، خلاء مناسب روی متبلور کننده اعمال می‌شود. به منظور تبخیر محلول از یک المان حرارتی ۸۰۰ وات که روی جدار خارجی کریستالیزور نصب می‌شود، استفاده شده است. المان حرارتی مذکور مجهز به یک کنترل کننده است که امکان کم کردن شار حرارتی انتقال به محلول داخل ظرف را فراهم می‌نماید. شکل ۲، شمای کلی سیستم متبلور کننده و شکل ۳ شمای متبلور کننده DTB ساخته شده برای انجام آزمایش‌ها را نشان می‌دهند [۷ و ۸].



شکل ۳ـ شمای کلی متبلور کننده استفاده شده در این تحقیق.

تنظیم جدول‌ها و انجام آزمایش‌ها بر اساس تحلیل تاگوچی

برای انجام آزمایش‌ها ابتدا چهار عامل مؤثر روی دانه‌بندی فراورده یعنی بار حرارتی، دور همزن، زمان اقامت و غلظت محلول اولیه در نظر گرفته شدند.

لازم به ذکر است آزمایش‌ها در شرایط دمای ثابت انجام شده است (از آنجا که دما و فشار تابع یکدیگر هستند، بنابراین می‌توان گفت تمامی آزمایش‌ها در فشار ثابت، انجام گرفته است). در ضمن برای هر متغیر با توجه به مراجع و منابع موجود سه مقدار مطابق جدول ۱ در نظر گرفته شده است.

با توجه به این‌که تعداد متغیرها مطابق جدول ۱، چهار عدد و برای هر یک سه مقدار درنظر گرفته شده است، تعداد کل آزمایش‌هایی که بایستی انجام شود عبارت‌اند از: 3^4 یعنی معادل ۸۱ آزمایش که به منظور کاهش حجم زیاد آزمایش‌ها، از تحلیل تاگوچی استفاده شد.

تحلیل تاگوچی در سازماندهی آزمایش‌ها و تجزیه نتیجه‌ها استفاده می‌شود. تعداد و شرایط آزمایش‌های لازم با استفاده از نرم‌افزار Qualitek-۴ مطابق جدول ۲ به دست آمده است.

این جدول دستورالعمل انجام ۹ آزمایش را ارایه می‌دهد که با انجام این ۹ آزمایش می‌توان اثر متغیرها را روی دانه‌بندی فراورده به طور کامل بررسی کرده و به همان نتیجه‌ی ۸۱ آزمایش لازم دست یافت. در این تحقیق با هدف بالا بردن دقت انجام کار، آزمایش‌ها دو بار انجام شد و مقدار میانگین آن گزارش شد.

Archive of SID
www.SID.ir

جدول ۱ـ متغیرهای مورد بررسی در آزمایش‌ها.

	نام متغیر	سطح ۱	سطح ۲	سطح۳
۱	غلظت(گرم نمک در گرم محلول)	۰/۲۴	۰/۲۵۵	۰/۲۷
۲	دور همزن(دور در دقیقه)	۵۰۰	۷۰۰	۹۰۰
۳	زمان اقامت(دقیقه)	۳۰	۴۵	۶۰
۴	بار حرارتی(وات)	۳۰۰	۵۰۰	۸۰۰

جدول ۲ـ دستورالعمل انجام آزمایش‌ها.

	نوع متغیر			
	غلظت (گرم نمک در گرم محلول)	دور همزن (دور در دقیقه)	زمان اقامت (دقیقه)	بار حرارتی (وات)
۱	۰/۲۵۵	۵۰۰	۳۰	۳۰۰
۲	۰/۲۵۵	۷۰۰	۴۵	۸۰۰
۳	۰/۲۵۵	۹۰۰	۶۰	۵۰۰
۴	۰/۲۴	۵۰۰	۴۵	۵۰۰
۵	۰/۲۴	۷۰۰	۶۰	۳۰۰
۶	۰/۲۴	۹۰۰	۳۰	۸۰۰
۷	۰/۲۷	۵۰۰	۶۰	۸۰۰
۸	۰/۲۷	۷۰۰	۳۰	۵۰۰
۹	۰/۲۷	۹۰۰	۴۵	۳۰۰

روش انجام آزمایش‌ها

انجام آزمایش‌ها به این ترتیب است که ابتدا محلول نمک با غلظت زیراشباع (به‌دلیل دستیابی به شرایط پایدار در متبلور کننده) تهیه و به داخل متبلور کننده منتقل می‌شود. در ادامه پس از نصب فشارسنج و دماسنج روی متبلور کننده، کمپرسور، همزن و المان حرارتی روشن می‌شوند و زمان، دما و فشار شروع عملیات یادداشت می‌شود.

در ادامه پس از مشاهده نخستین قطره‌های میعان که نمایان‌گر شرایط پایداری سیستم است، دما و فشار نقطه‌ی جوش یادداشت می‌شود (زمان شروع آزمایش). پایان آزمایش در واقع همان زمان اقامت است که مطابق جدول ۲ برای هر آزمایش تعیین شده است. در پایان آزمایش خلاء از سیستم جدا شده و بلورها به همراه ماگما به‌وسیله‌ی شیر خروجی متبلور کننده روی یک الک با مش بالای ۳۰۰ تخلیه می‌شود و پس از شستشو با آب مقطر، با جریان هوای گرم به‌طور کامل خشک شـده و توسط سیستم الک شیکر به مدت ۶ دقیقه دانه‌بندی می‌شوند.

لازم به ذکر است الک‌های مورد استفاده در این آزمایش با مش‌های ۴۰، ۶۰، ۸۰، ۱۰۰ و ۲۰۰ می‌باشند.

نتیجه‌ی آزمایش‌ها

همان‌طور که گفته شد هدف از انجام آزمایش‌ها بررسی اثر چهار متغیر بار حرارتی، دور همزن، زمان اقامت و غلظت محلول اولیه برای دستیابی به بلورهای درشت سدیم کلرید است. برای این منظور به مبنایی برای بررسی اثر متغیرهای ذکر شده نیاز است. از این‌رو نمونه‌ای از بهترین نمک بلور موجود در بازار به عنوان مبنا انتخاب و به‌وسیله سیستم الک شیکر دانه‌بندی شد (جدول ۳). همان‌طور که نتیجه‌های این جدول نشان می‌دهد، درصد جرمی مربوط به مش ۶۰ ، بیشترین مقدار را داراست و درصد جرمی مش ۴۰ و ۸۰ به تقریب با یکدیگر برابرند. این موضوع وجود توزیع مطلوب بلورهای نمک را نشان می‌دهد.

Archive of SID
www.SID.ir

مطابق نتیجه‌های جدول ۳ داشتن مقدار بیشتری بلور در مش ۶۰ به عنوان مبنای انتخاب یک نمک مناسب در نظر گرفته شد. نتیجه‌های آزمایش‌های ۱ تا ۹ نیز با هدف دستیابی به چنین توزیع مطلوبی طبقه بندی شد. جدول ۴ نتیجه‌های آزمایش‌ها را نشان می‌دهد.

نتیجه‌ها و بحث

باتوجه به جدول ۳، مش ۶۰ به عنوان مبنا انتخاب و تحلیل تاگوچی براساس آن انجام شد.

تحلیل داده‌ها مطابق جدول ۴ نشان می‌دهد که از بین متغیرهای عملیاتی، به ترتیب بار حرارتی، غلظت خوراک، زمان اقامت و دور همزن بیشترین تأثیر را در تولید بلورها با دانه‌بندی مناسب ایفا می‌کند. درصد اهمیت هریک از متغیرهای عملیاتی در جدول ۵ آورده شده است.

ملاحظه می‌شود دور همزن نقش چندانی در تولید دانه‌بندی مناسب نداشته است و لذا از این متغیر صرف‌نظر و اثر آن بین متغیرهای دیگر تقسیم شده است. درصد اهمیت متغیرهای عملیاتی در حالت کلی در جدول ۶ آمده است.

آزمایش‌ها نشان می‌دهد که با افزایش بار حرارتی، نرخ تبخیر افزایش یافته و فوق اشباعی به شدت افزایش می‌یابد که منجر به هسته‌زایی در محیط خواهد شد، اما این موضوع باعث تولید بلورهای درشت نمی‌شود. برای بالا بردن نرخ تولید بلورها و رشد مناسب آنها احتیاج به بار حرارتی مناسب است، زیرا اگر بار حرارتی به مقدار زیادی افزایش یابد، باعث آشفتگی در متبلور کننده می‌شود که نتیجه آن خرد شدن بلورهایی است که شروع به رشد کرده‌اند. از طرف دیگر کاهش بار حرارتی زمان زیادی را برای تولید فراورده به خود اختصاص می‌دهد. تحلیل آزمایش‌ها مقدار ویژه‌ای را برای بار حرارتی نشان می‌دهد که انجام عملیات تحت آن شرایط، بهترین حالت برای دست‌یابی به بلورهای درشت در زمان مناسب است.

بررسی نتیجه‌ها نشان می‌دهد که با افزایش غلظت خوراک، دانه‌بندی فراورده با مش ۶۰ افزایش یافته و کاهش آن اثر منفی بر اندازه‌ی بلورهای تولید شده دارد. علت این امر را می‌توان چنین تفسیر کرد که با افزایش غلظت خوراک زمان لازم برای رسیدن به فوق اشباعی کاهش می‌یابد و لذا در همان لحظات اولیه هسته‌ها تولید شده و فرایند رشد بلورها انجام می‌گیرد.

به عبارت دیگر بیشتر زمان فرایند صرف رشد هسته ها می‌شود و نتیجه این موضوع تولید بلورهای درشت‌تر خواهد بود. بالعکس اگر غلظت خوراک پایین باشد زمان بیشتری نیاز است تا هسته ها تشکیل شوند و در نتیجه مرحله رشد بلورها به تعویق خواهد افتاد.

با افزایش زمان اقامت به شرط وجود هسته‌ها در محیط و فراهم بودن شرایط، فرایند رشد بهتر انجام شده و بلورهای درشت‌تری نیز حاصل خواهد شد. اگر زمان اقامت در متبلور کننده طولانی باشد، بلورهای رشد یافته، شکسته شده و خود به هسته‌های جدید تقسیم می‌شوند. به عبارتی رشد بلورها براساس شرایط سیستم تا حد مشخصی قابل افزایش است. به عنوان نمونه اگر نوع همزن تیغه‌ای و دور همزن بالا باشد، افزایش زمان اقامت تأثیری بررشد بلورها ندارد، زیرا به محض رشد ناچیز آنها در اثر برخورد بلور ـ بلور، بلور ـ همزن و بلور با جداره ظرف، ذره‌ها به قطعه‌های ریزتر تقسیم می‌شوند. نتیجه‌های حاصل از آزمایش‌ها نیز این مطلب را تأیید می‌کند.

مطابق رابطه‌ی هسته‌زایی [۲]:

$$B^\circ = K_B N^h G^i M^j \quad (\#/m^3.s) \qquad (۴)$$

با افزایش دور همزن، نرخ هسته‌زایی افزایش یافته و تعداد بیشتری هسته در محیط تولید می‌شود. از این‌رو، دور بالا باعث ایجاد فراورده با دانه‌بندی ریز خواهد شد. در واقع بلورها تعداد برخوردهای بیشتری را در واحد زمان دارا بوده و فرصت رشد را از دست می‌دهند.

این موضوع در مورد همزن تیغه‌ای به وضوح مشاهده می‌شود. در مورد همزن پروانه‌ای برخورد بین بلورها با همزن، به دلیل شکل خاص همزن، کمتر موجب شکست آنها خواهد شد. از این‌رو، در شرایط عملیاتی یکسان، فراورده‌ی یک متبلور کننده با همزن پروانه‌ای، درشت‌تر از فراورده‌ی همان متبلور کننده با همزن تیغه‌ای خواهد بود، اما در هر دو حالت افزایش دور باعث ایجاد فراورده‌ی ریزتری می‌شود. نتیجه‌ی آزمایش‌های انجام شده نیز این مطلب را تأیید می‌کند. لازم به ذکر است که دور همزن نباید از مقدار مشخصی که به آن N_{js} گفته می‌شود و از رابطه‌ی (۱) به دست می‌آید کمتر شود. این مقدار با توجه به شرایط آزمایشگاهی حدود ۴۵۰ دور در دقیقه محاسبه شده است.

نتیجه‌گیری نهایی

برای انجام آزمایش‌ها، از متبلور کننده لوله‌ای کشانه‌ای تبخیری به‌دلایل متفاوت از جمله کنترل آسان فرایند تبلور استفاده شده است. از موردهای نوآوری این طرح انتخاب، ساخت و

Archive of SID
www.SID.ir

جدول ٤ ـ نتیجه‌های به‌دست آمده از انجام آزمایش‌ها.

	حلالیت (گرم نمک به‌ازای هرگرم حلال)	دور همزن (دور در دقیقه)	زمان اقامت (دقیقه)	بار حرارتی (وات)	درصد وزنی بلورهای روی الک با مش ۶۰
۱	۰/۳۴۲	۵۰۰	۳۰	۳۰۰	۰
۲	۰/۳۴۲	۷۰۰	۴۵	۸۰۰	۵۹/۸۳
۳	۰/۳۴۲	۹۰۰	۶۰	۵۰۰	۷۹/۳۴
۴	۰/۳۱۵	۵۰۰	۴۵	۵۰۰	۴۴/۶۳
۵	۰/۳۱۵	۷۰۰	۶۰	۳۰۰	۰
۶	۰/۳۱۵	۹۰۰	۳۰	۸۰۰	۱۵/۴
۷	۰/۳۷	۵۰۰	۶۰	۸۰۰	۶۰
۸	۰/۳۷	۷۰۰	۳۰	۵۰۰	۵۶/۲۲
۹	۰/۳۷	۹۰۰	۴۵	۳۰۰	۳۱/۵۲

جدول ۳ـ نتیجه‌های آزمایش دانه‌بندی نمک بلوری (مبنا).

مش	وزن (گرم)	درصد جرمی
۴۰	۱۰/۸	۱۲/۷۶
۶۰	۶۲/۷۴	۷۴/۱۲
۸۰	۱۰/۱۳۴	۱۱/۹۷
۱۰۰	۰/۶	۰/۷
۲۰۰	۰/۳۷	۰/۴۴
مجموع	۸۴/۶۴	۱۰۰

جدول ۵ ـ اهمیت متغیرهای عملیاتی در فرایند رشد بلورها.

نوع متغیر	درصد اهمیت
غلظت (گرم نمک در گرم محلول)	۲۴
دور همزن (دور در دقیقه)	۱/۲
زمان اقامت (دقیقه)	۱۵
بار حرارتی (وات)	۵۹/۸
خطا	۰

جدول۶ـ اهمیت‌متغیرها (با فرض‌خطای محاسباتی‌صفربرای‌دورهمزن).

نوع متغیر	درصد اهمیت
غلظت (گرم نمک در گرم محلول)	۲۲/۸
دور همزن (دور در دقیقه)	۰
زمان اقامت (دقیقه)	۱۳/۸
بار حرارتی (وات)	۵۸/۶
خطا	۴/۸

جدول ۷ـ شرایط بهینه عملیاتی بر اساس تحلیل تاگوچی.

متغیر عملیاتی	شرایط بهینه
حلالیت (برحسب گرم نمک در گرم حلال)	۰/۳۷
دور همزن (برحسب دور در دقیقه)	۹۰۰
زمان اقامت (دقیقه)	۶۰
بار حرارتی (وات)	۵۰۰

Archive of SID
www.SID.ir

به‌کارگیری متبلور کننده ذکر شده برای تبلور نمک طعام بوده است. تحلیل‌ها نشـان می‌دهد از بیـن متغیرهای عملیاتی مـورد بـررسی بار حرارتی، غلظت خوراک، زمان اقامت و دور همزن به ترتیب بیشترین اهمیت را در تولید بلورها با دانه‌بندی مناسب ایفا می‌کند. در این میان بار حرارتی تأثیر قابل توجهی را داشته ولی از اثر دور همزن می‌توان صرف‌نظر کرد.

تحلیل نتیجه‌ها با استفاده از نرم‌افزار Qualitek-۴ ، شرایط مندرج در جدول ۷ را به عنوان بهترین شرایط برای تولید بلورها با دانه‌بندی مناسب پیشنهاد می‌کند. مطابق جدول ۷، ملاحظه می‌شود فوق‌اشباعی بالا، دور همزن بالا، زمان اقامت بالا و بار حرارتی متوسط ، باعث تولید فراورده‌ی مناسب می‌شود. در ضمن نتیجه‌های نرم‌افزار با مشاهده‌های آزمایشگاهی مطابقت کامل دارد

فهرست علایم

نرخ هسته‌زایی	B_o
قطر ذره‌ها (m)	D_p
قطر متبلور کننده (m)	D
شتاب ثقل ($۹٫۸۱ m/s^۲$)	g
سرعت رشد خطی بلورها (m/s)	G
عدد ثابت	K_B
عدد ثابت	i
عدد ثابت	K_R
اندازه‌ی متوسط ذره‌های بلور (m)	L_m
دور همزن	N
حداقل دور همزن برای تعلیق ذره‌های جامد	N_{js}
عدد ثابت، ضریب شکل	S
قطر همزن (m)	L
دانسیته ذره‌های جامد ($Kg/m^۳$)	ρ_s
تفاوت دانسیته ذره‌های جامد با مایع ($Kg/m^۳$)	$\Delta\rho$
دانسیته مایع ($Kg/m^۳$)	ρ_L
عدد ثابت	q
عدد ثابت	S
جزء وزنی ذره‌های جامد (kg/Kg)	x
زمان اقامت (s)	τ
ویسکوزیته دینامیکی ($m^۲/s$)	ν
عدد ثابت	α
تعداد هسته‌های ایجاد شده	#

تاریخ دریافت: ۸۳/٤/۲۲ ؛ تاریخ پذیرش: ۸٤/۵/۱۷

مراجع

[1] Garside, J. and Mukund B. Shab., Crystallization Kinetics from MSMPR Crystallizers, *Ind. Eng. Chem*., **10**, (1980).

[2] Mullin, J. W., "Crystallization", third Edition, Butterworth-Heinemann Ltd., Oxford (1993).

[3] Bennet, R. C., "Crystallizer Selection and Design, In Handbook of Industrial Crystallization", Chapter 5, page 103, Butterworth-Heinemann Ltd., Oxford (1993)

[4] Kaneko, Sh., Yamagami, Y., Tochihara, H., Hirasawa, I., Effect of Supersaturation on Crystal Size and Number of Crystals Produced in Antisolvent Crystallization, *Journal of Chemical Engineering of Japan*, **35** (11), 1219 (2002).

[5] Daudey, P. J. and De Jong, E.J., The Dynamic Behaviour of NaCl Crystallization in a 91L MSMPR Crystallizer, *Industrial Crystallization*, **84**, 447 (1984).

[6] Sinnott, R. K., "Coulson and Richardson's Chemical Engineering", Volume 6, pp. 274-304, Butterworth-Heinemann Ltd., Oxford (1996)

[7] Hammamura, T., Sotowa, K. I., Hasebe, S., Hashimoto, I., The Effect of Design Variable on the Stabilizing Control of Continues DTB Crystallizers, *Compute and Chemical. Eng*., **24**, 917 (2000).

Archive of SID
www.SID.ir

[8] Sotowa, K. I., Hammamura, T., Taniguchi, H., Kano. M., Hasebe, S., Hashimoto, I., Influence of the Incomplete Dissolution of Industrial Continues DTB Crystallizer, *Power Technology*, **121**, 93 (2001).

Archive of SID

www.SID.ir