EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

Laboratórny otáčavý guľový reaktor na prípravu a mletie látok v kontrolovanej atmosfére

M. ZIKMUND, R. FONIOK, A. VALENT

Ústav anorganickej chémie Slovenskej akadémie vied, Bratislava

Opisuje sa sklený laboratórny otáčavý guľový reaktor umožňujúci prípravu tuhých látok v kontrolovanom kvapalnom alebo plynnom prostredí za súčasného miešania reakčnej sústavy a mletia tuhých východiskových látok i reakčných produktov.

Pri heterogénnych reakciách je veľkosť povrchu tuhej fázy a jeho styk s kvapalnou alebo plynnou fázou faktorom podstatne ovplyvňujúcim reakčnú rýchlosť. Pri tomto type reakcií je spravidla nevyhnutné intenzívne miešanie reakčnej sústavy za súčasného mletia tuhých častíc, keďže sa tým mechanicky odstraňuje vrstvička reakčných produktov z povrchu východiskových tuhých látok. Na dosiahnutie tohto efektu za laboratórnych podmienok v kontrolovanom prostredí (napríklad pri látkach nestálych na vzduchu v atmosfére indiferentného plynu neobsahujúceho kyslík ani vlhkosť) zhotovili sme sklený otáčavý guľový reaktor, ktorý možno okrem toho použiť aj na mletie tuhých látok v prostredí indiferentných kvapalín, prípadne na mletie tuhých látok v kontrolovanom plynnom prostredí za obyčajnej teploty.

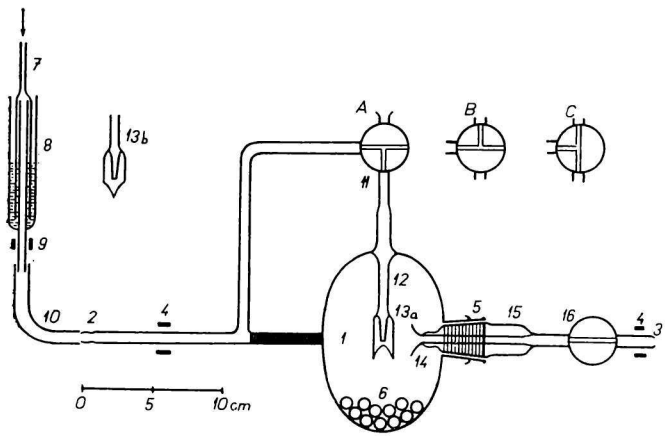
Experimentálna časť

Aparatúra

Reaktor (obr. 1) sa skladá z reakčnej nádoby splošteného (diskového) tvaru (*1*), ktorá sa môže otáčať okolo horizontálnej osi tvorenej sklenými trubicami na privádzanie (*2*) a odvádzanie (*3*) plynu, uloženými v ložiskách (*4*) (napríklad z kovových lapákov s korkovou vložkou). Otáčanie reaktora sa uskutočňuje pomocou elektromotorčeka a vhodného prevodu, aby sa dosiahla optimálna rýchlosť približne 100 otáčok za minútu. Reaktor možno cez zábrusové hrdlo *NZ* 29 (*5*) naplniť sklenými guľôčkami (*6*) optimálneho priemeru (5 mm), ktoré umožňujú lepšie miešanie kvapaliny v reaktore a mletie tuhých častíc. Prívod plynu (*7*) je s trubicou (*2*) spojený napr. skleným tesniacim uzáverom (*8*), naplneným parafínovým olejom, ktorý sa môže otáčať okolo vertikálnej osi v ložisku (*9*). Uzáver (*7*) a trubica (*2*) sú spojené gumovou hadicou (*10*).

Do reakčného priestoru (*1*) sa plyn privádza trojcestným kohútom (*11*) s T-vŕtaním cez trubicu (*12*). Táto je na konci zúžená tak, aby sa ňou bez ťažkostí mohla prevliecť kovová ihla injekčnej striekačky, ktorou sa do reaktora pridávajú reakčné komponenty v priebehu reakcie, prípadne sa odoberajú vzorky. Na konci trubice (*12*) je ochranný zvon (*13*), ktorý zabraňuje vnikaniu kvapaliny, prúdiacej pri otáčaní reaktora pozdĺž trubice

(*12*), do vnútra trubice. Tvar ochranného zvona (*13a* — pohľad spredu, *13b* — pohľad zboku) uľahčuje sústreďovanie kvapiek a ich rýchle odpadávanie. Plyn uniká z reaktora cez lievikovito zúženú a guľovito rozšírenú trubicu (*14*), ktorej tvar umožňuje odtrhávanie kvapiek reakčnej kvapaliny, ktorá pri otáčaní steká zo stien reaktora, a tým znemožňuje vnikanie kvapaliny do trubice (*14*) a jej vytekanie z reaktora. Trubica (*14*) prechádza cez zábrus *NZ* 29 (*15*), pričom prostredníctvom jednocestného kohúta (*16*) je spojená s trubicou (*3*).



Obr. 1. Laboratórny otáčavý guľový reaktor na prípravu a mletie látok v kontrolovanej atmosfére.

Kohúty (*11*) a (*16*) umožňujú uzavretie reaktora od vonkajšieho prostredia. Pre uľahčenie otáčania treba kohút (*11*) vyvážiť snímateľným závažím tak, aby ťažisko aparatúry bolo na jej horizontálnej osi.

Reaktor je účelné zhotoviť z oddeľovacieho lievika so zabrúseným hrdlom *NZ* 29, keďže jeho zábrus je prisadený priamo k stene lievika, na rozdiel od varnej banky. Tým sa zabráni vzniku málo prístupného priestoru v blízkosti zábrusu (*5*) a trubice (*14*), v ktorom by sa mohla zdržiavať časť obsahu reaktora, čím by sa znemožnilo jeho rovnomerné zreagovanie a zhoršilo by sa aj jeho miešanie a mletie.

Sploštený tvar reaktora je účelný, ak treba odoberať vzorky kvapaliny nad usadenou tuhou fázou. Naproti tomu pri reakcii tuhej látky s plynom za súčasného mletia je výhodnejší guľový tvar reaktora.

Pracovný postup

Reaktor naplnený sklenými guľôčkami sa suší asi 2 hodiny pod infražiaričom, pričom cez reaktor ustavične prúdi indiferentný plyn (napríklad dusík zbavený kyslíka a vlhkosti). Plyn sa privádza cez trubicu (*7*) a kohút (*11*) v polohe (*A*) a odvádza sa trubicou (*3*). Reakčné komponenty nestále na vzduchu sa do reaktora vkladajú cez zábrus (*5*) v zatavených tenkostenných sklených baničkách. Po vysušení reaktora a jeho dôkladnom vyplnení indiferentným plynom sa kohút (*11*) uzavrie do polohy (*B*), načo sa uzavrie aj kohút (*16*).

Banička s reakčnými komponentami sa otáčaním reaktora rozbije, načo sa reaktor zastaví, a ak je to potrebné, cez kohút (*11*) v polohe (*C*) sa injekčnou striekačkou pridajú ďalšie kvapalné reakčné komponenty. Obdobne možno odoberať aj vzorky reakčnej sústavy v priebehu reakcie (napríklad pri sledovaní reakčnej kinetiky). Maximálny objem kvapaliny, ktorý môže byť v opísanom reaktore, je asi 80 ml.

Ak sa reaktor použije na mletie tuhých častíc za sucha, pri prúdení plynu cez kohút (*11*) v polohe (*A*) a cez kohút (*16*) unikajú z trubice (*3*) jemné častice rozomletej tuhej látky. V závislosti od rýchlosti prúdenia plynu možno tento úlet využiť na kontinuitné odstraňovanie rozomletých častíc o vhodnej veľkosti zŕn. Pri mletí za sucha v ochrannej plynnej atmosfére alebo vo vákuu pri uzavretých kohútoch (*11*) (poloha *B*) a (*16*) má guľový reaktor obdobnú funkciu ako guľové mlyny opísané v literature [1—4].

Diskusia

Pri miešaní tuhých látok v kvapalinách mechanickými miešadlami alebo prebublávaním plynu sa tuhé zložky často usadzujú na stenách banky nad hladinou kvapaliny, čím sa znemožní ich zreagovanie. V opísanom guľovom reaktore k takémuto usadzovaniu nemôže dôjsť, pretože celý vnútorný povrch reaktora je ustavične omývaný reakčnou kvapalinou. Pohyb guľôčok pri otáčaní reaktora nielen zvyšuje intenzitu miešania reakčnej sústavy, ale má súčasne aj mlecí účinok, v dôsledku čoho sa reakčný povrch východiskových tuhých látok ustavične obnovuje, keďže sa z neho kontinuitne odstraňujú nerozpustné reakčné produkty.

Reaktor umožňuje aj zvýšenú bezpečnosť pri práci s prchavými jedovatými, horľavými alebo korozívnymi látkami, ktoré možno pri ich úniku z aparatúry cez trubicu (*3*) zachytávať vo vhodnom absorpčnom prostredí.

Aparatúru zhotovil F. Kostiha, sklár Vývojového strediska chemických ústavov SAV v Bratislave.

ЛАБОРАТОРНЫЙ ВРАЩАЮЩИЙСЯ ШАРОВОЙ РЕАКТОР ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ И ДРОБЛЕНИЯ ВЕЩЕСТВ В КОНТРОЛИРОВАННОЙ АТМОСФЕРЕ

М. Зикмунд, Р. Фониок, А. Валент

Институт неорганической химии Словацкой академии наук, Братислава

Описывается стеклянный лабораторный вращающийся шаровой реактор, с помощью которого можно получить твердые вещества в контролируемой жидкой или газовой среде с одновременным перемешиванием реакционной системы и дроблением твердых исходных веществ и продуктов реакции. Система имеет возможность равномерно прореагировать благодаря тому, что внутренная поверхность реактора постоянно омывается содержанием реактора, причем поверхность исходных твердых компонентов реакции непрерывно обновляется мелющими стеклянными шариками, которые удаляют с поверхности нерастворимые продукты реакции.

Preložila T. Dillingerová

DREHBARER LABORATORIUMSKUGELREAKTOR FÜR DIE HERSTELLUNG UND DAS MAHLEN VON STOFFEN IN EINER KONTROLLIERTEN ATMOSPHÄRE

M. Zikmund, R. Foniok, A. Valent

Institut für anorganische Chemie der Slowakischen Akademie der Wissenschaften, Bratislava

Es wird ein aus Glas gefertigter, drehbarer Laboratoriumskugelreaktor beschrieben, der die Herstellung fester Stoffe in einem kontrollierten, flüssigen oder gasförmigen Medium unter gleichzeitigem Mischen des Reaktionssystems, sowie das Mahlen sowohl der festen Ausgangsrohstoffe als auch der entstandenen Reaktionsprodukte möglich macht. Dadurch, daß der Inhalt des Reaktors während des Betriebes andauernd die gesamte innere Oberfläche des Reaktors abwäscht, wobei durch ein gleichzeitiges Mahlen mit Glaskügelchen die Oberfläche der festen Ausgangs-Reaktionskomponenten kontinuierlich erneuert wird, da von dieser die unlöslichen Reaktionsprodukte entfernt werden, wird auf diese Weise ein gleichmäßiges Reagieren des Systems ermöglicht.

Preložil K. Ullrich

LITERATÚRA

1. Ruff O., Josephy B., *Z. anorg. allgem. Chem.* ***153***, 20 (1926).
2. Peters K., Warnecke A., *Glückauf* ***69***, 1182 (1933).
3. Zintl E., Morawietz E., *Z. anorg. allgem. Chem.* ***236***, 394 (1938).
4. Wahl K., Klemm W., *Z. anorg. allgem. Chem.* ***270***, 69 (1952).

Do redakcie došlo 10. 5. 1965

Adresa autorov:

Inž. Miroslav Zikmund, CSc., inž. Rudolf Foniok, prom. chem. Aladár Valent, Ústav anorganickej chémie SAV, Bratislava, Dúbravská cesta.