

进料时间及表面活性剂对撞击流微反应器在粉体制备中的影响

王慧林

内蒙古化工职业学院, 化学工程系, 内蒙古 呼和浩特

收稿日期: 2023年5月5日; 录用日期: 2023年7月13日; 发布日期: 2023年7月19日

摘要

本文利用撞击流微反应器制备纳米硫酸钡, 除考虑进料流量和表面活性剂对粉体制备的影响外, 还应考虑进料时间以及表面活性剂的用量对粉体制备的影响。实验结果表明: 在不同进料时间条件下所制得的硫酸钡晶体的粒度大小十分接近, 进料时间的长短只能影响到产品的数量, 而不能影响产品的质量。加入微量的六偏磷酸钠对粉体的粒度没有太大的影响。随着加入量的不断增加, 制得的粉体的粒度明显减小。但当加入量达到一定程度时, 继续增加表面活性剂的用量对实验结果的影响不大。

关键词

微反应器, 纳米硫酸钡, 表面活性剂, 粉体制备

The Influence of Feeding Time and Surface Active Agents on Impact Microreactor in Powder Preparation

Huilin Wang

Department of Chemical Engineering, Inner Mongolia Vocational College of Chemical Engineering, Hohhot Inner Mongolia

Received: May 5th, 2023; accepted: Jul. 13th, 2023; published: Jul. 19th, 2023

Abstract

This article uses an impact microreactor to prepare nanometer barium sulfate. In addition to considering the influence of feed rate and surface active agents on powder preparation, the influence of feeding time and surface active agent dosage on powder preparation should also be considered.

The experimental results show that the particle size of barium sulfate crystals produced under different feeding time conditions is very close, and the length of feeding time can only affect the quantity of the product rather than its quality. The addition of trace amounts of sodium hexametaphosphate has little effect on the particle size of the powder. As the amount of addition continuously increases, the particle size of the powder produced obviously decreases. However, when the surface active agent dosage reaches a certain level, the further increase in dosage has little effect on the experimental results.

Keywords

Microreactor, Nanometer Barium Sulfate, Surface Active Agents, Powder Preparation

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

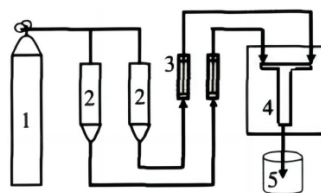
撞击流作为一种能显著强化流体混合的手段,具有良好的混合与传热传质性能,近年来,在能源、化工、生物等领域中被广泛应用。微反应器在特定化学和化工领域的应用,有着大反应器无法比拟的优越性,设备的微型化、过程的集成化是未来科学技术发展方向[1]。纵观撞击流以及微反应器的优点,其性能的研究在工业应用上有着重大的意义,而且微反应器法为纳米颗粒的制备提供了一条简单便利的途径[2]。但微反应器要取代传统反应器应用于实际生产,还需解决一系列难题,如微通道易堵塞、催化剂设计、传感器和控制器的集成及微反应器的放大等等。

2. 实验部分

2.1. 主要仪器及试剂

DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器,功率 400 W; LZB-6 玻璃转子流量计,高度 160 mm,量程 0~25 ml/s; YQY-07B 氮气减压器,0.2~2.5 MPa; TGL-16G-W 高速离心机; FS-600 超声波清洗器; JA2003 电子天平; 硼酸,分析纯,焦作鑫安科技股份有限公司; 碘化钾,分析纯,长沙市有机试剂厂; 碘酸钾,分析纯,北京化工厂; 硫酸,分析纯,株洲石英化玻有限公司; 氢氧化钠,分析纯,汕头市西陇化工厂有限公司; 硫酸钾,分析纯,河南焦作市化工三厂; 氯化钡,分析纯,天津市天河化学试剂厂; 六偏磷酸钠,化学纯,天津市天河化学试剂厂; 无水乙醇,分析纯,长沙市有机试剂厂。

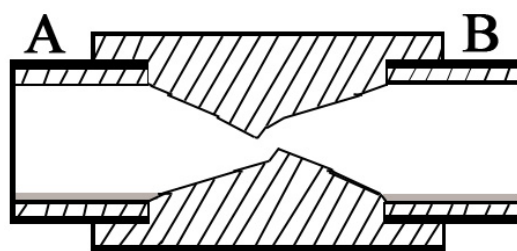
2.2. 装置流程图和反应器图(见图 1、图 2)



注: 1: 氮气瓶; 2: 储液罐; 3: 转子流量计; 4: 撞击流微反应器; 5: 烧杯。

Figure 1. Experimental setup flowchart

图 1. 实验装置流程图



注：将进料管管口改进成锥形，并且改变了进料角度，使反应液形成逆时针漩涡流。

Figure 2. Improved microreactor
图 2. 经过改良的微反应器

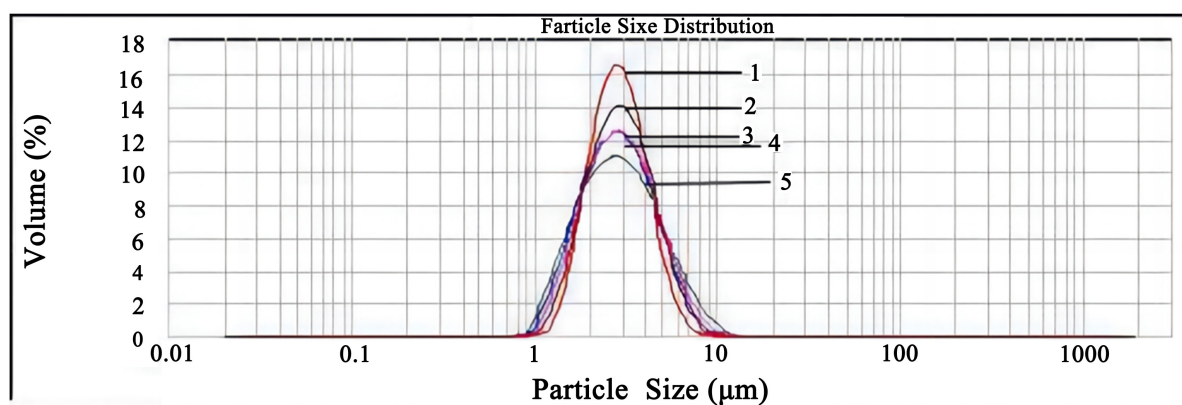
2.3. 实验方法

实验需要配制两种溶液，一种溶液(A)包含 H_2BO_3^- 、 I^- 、 IO_3^- 三种离子，另一种溶液(B)为硫酸溶液。当溶液(A)和溶液(B)相遇时发生如上反应。具体操作为：将准确称量的 H_3BO_3 及 NaOH 分别配成 200 ml 溶液，将其混合制成缓冲溶液；将准确称量的 KIO_3 及 KI 分别配成 100 ml 溶液，将其分别加入缓冲溶液中，加蒸馏水至溶液总体积为 1 L，作为溶液(A)，其中各组分的浓度依次为 0.1818 mol/L、0.0909 mol/L、0.00233 mol/L、0.01167 mol/L；配制 500 ml 浓度为 0.08 mol/L 的 H_2SO_4 溶液作为溶液(B)。(A)和(B)通过撞击流反应器进行反应[3]。

3. 结果与讨论

3.1. 进料时间对纳米硫酸钡制备的影响

采用进料口为锥形且带有角度的微反应器(图 2)来研究进料时间对反应器混合效果的影响。25℃时，流量在 2.083 ml/s 的条件下，研究不同反应时间对所制得的硫酸钡晶体粒度的影响[4]。制得的硫酸钡晶体的粒度分布图见图 3。



注：1: 5 s; 2: 7.5 s; 3: 10 s; 4: 12.5 s; 5: 15 s。

Figure 3. Particle size distribution diagram of barium sulfate produced at different feeding times
图 3. 不同进料时间制得硫酸钡的粒度分布图

由图 3 与图 4 可以看出，在不同进料时间条件下所制得的硫酸钡晶体的粒度大小十分接近。因为过饱和度是沉淀结晶的推动力，而影响过饱和度的正是反应器内部的湍动情况。在流量一定的条件下，反应器内部的湍动情况维持恒定，进料时间的长短只能影响到产品的数量，而不能影响产品的质量。

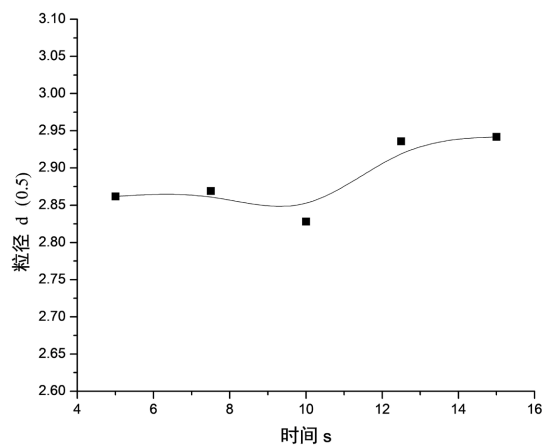


Figure 4. Distribution diagram of particle size $d(0.5)$ of barium sulfate at different feeding times
图 4. 不同进料时间制得硫酸钡的粒径 $d(0.5)$ 分布图

3.2. 表面活性剂用量对硫酸钡制备的影响

由前面实验得知，六偏磷酸钠使得制备的粉体的粒度最小，在流量为 2.778 ml/s、进料时间为 10 s 的条件下，研究不同六偏磷酸钠的用量对粉体制备的影响[5]。制得的硫酸钡晶体粒度的分布图见图 5。

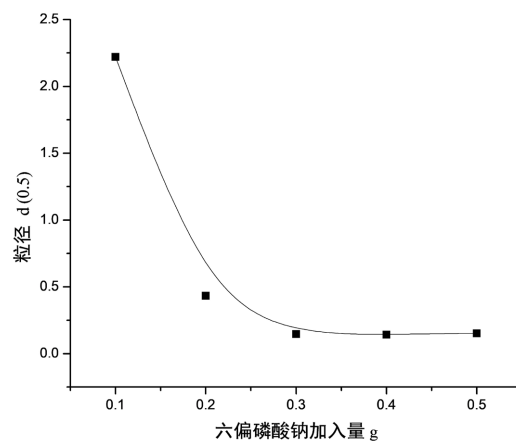
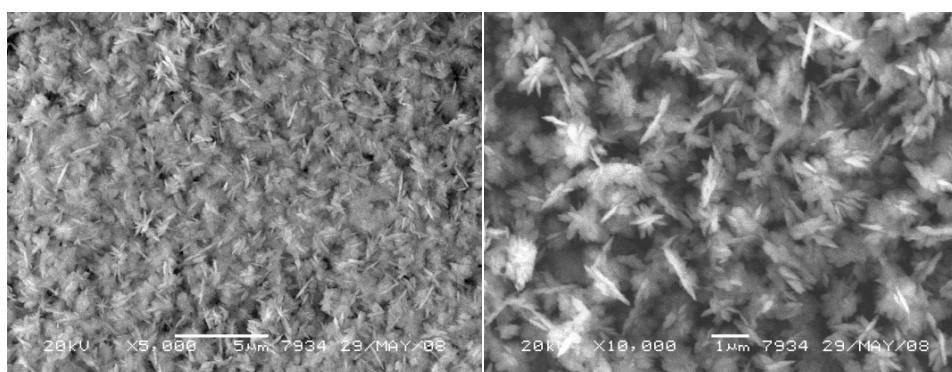


Figure 5. Particle size distribution diagram of barium sulfate produced by different amounts of surface active agents

图 5. 不同表面活性剂用量所制得的硫酸钡的粒度分布图



(a) 放大 5000 倍

(b) 放大 10000 倍

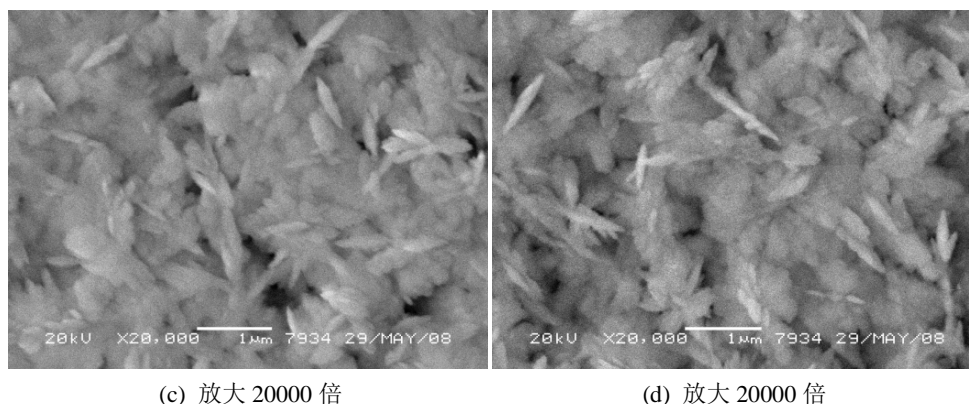


Figure 6. SEM photographs of barium sulfate at different magnification
图 6. 不同放大倍数下硫酸钡的 SEM 照片

加入微量的六偏磷酸钠对粉体的粒度没有太大的影响。随着加入量的不断增加，制得的粉体的粒度明显减小。但当加入量达到 0.3 g 时，继续增加表面活性剂的用量对实验结果的影响趋于平缓。

取少许用上述方法制得的硫酸钡粉体在乙醇中超声分散，通过 SEM 表征，如图 6 所示。

由图 6 可以看出，制得的硫酸钡晶体分散较好，颗粒粒度均匀，大小相近，粒径大约在 1 μm 左右，约 0.1 μm 厚，呈现出片状形貌。

4. 结论

通过碘化物和碘酸盐氧化反应体系在微反应器中的反应的研究，得出如下结论：

1) 因为过饱和度是沉淀结晶的推动力，而影响过饱和度的正是反应器内部的湍动情况。在流量一定的条件下，反应器内部的湍动情况维持恒定，进料时间的长短只能影响到产品的数量，而无法影响产品的质量。

2) 改变六偏磷酸钠的加入量，研究不同加入量对产品性能的影响，通过表征可见，随着加入量的增加，粉体性能得到优化。

参考文献

- [1] 韦广梅, 曾尚红. 微反应器的发展现状[J]. 世界科技研究与发展, 2005, 27(5): 45-50.
- [2] 谢安建, 朱雪梅, 沈玉华, 桂霞. 硬脂酸修饰的纳米硫酸钡的制备[J]. 安徽大学学报(自然科学版), 2006, 30(4): 70-74.
- [3] 刘雪晴, 鲁录义, 王坤. 改进型撞击流反应器的颗粒混合特性[J]. 现代机械, 2016(5): 7-10.
- [4] 田炳龙. 纳米硫酸钡制备及应用中试实验研究[D]: [硕士学位论文]. 石家庄: 河北科技大学, 2020.
- [5] 魏晓建. 纳米硫酸钡制备及其表面改性实验研究[D]: [硕士学位论文]. 石家庄: 河北科技大学, 2022.