



ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní

Ústav procesní a zpracovatelské techniky

**Návrh a výroba prototypu laboratorního reaktoru z vysoce
odolných konstrukčních materiálů**
**Design and Manufacture of a Prototype Laboratory
Reactor Made of Highly Durable Construction Materials**

Diplomová práce

Studijní program: Strojní inženýrství
Studijní obor: Procesní technika
Vedoucí práce: prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D.

Tereza Budínová

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Budínová** Jméno: **Tereza** Osobní číslo: **369146**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávající katedra/ústav: **Ústav procesní a zpracovatelské techniky**
Studijní program: **Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Procesní technika**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Návrh a výroba prototypu laboratorního reaktoru z vysoce odolných konstrukčních materiálů

Název diplomové práce anglicky:

Design and manufacture of a prototype laboratory reactor made of highly durable construction materials

Pokyny pro vypracování:

Zpracujte návrh a podklady pro zajištění výroby reaktoru z vysoce odolných konstrukčních materiálů. V rámci zpracování diplomové práce zpracujte následující dílčí cíle.

- 1) Návrh konstrukce laboratorního reaktoru pro vysoce korozní prostředí. Pro hodnocení odolnosti vybraných materiálů využijte výsledky korozních testů.
- 2) Výroba laboratorního reaktoru - příprava podkladů pro výrobu a spolupráce konstruktéra při výrobě reaktoru.
- 3) Základní provozní zkoušky laboratorního reaktoru.
- 4) Návrh konstrukce reaktoru čtvrtprovozního měřítka.

Seznam doporučené literatury:

dle vlastní literární, patentové a průmyslové rešerše a doporučení zadavatele

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D., ústav procesní a zpracovatelské techniky FS

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **23.04.2018**

Termín odevzdání diplomové práce: **17.08.2018**

Platnost zadání diplomové práce: _____

prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomantka bere na vědomí, že je povinna vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studentky

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedla jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Praze dne

.....

Tereza Budínová

Poděkování

Ráda bych poděkovala panu prof. Ing. Tomáši Jiroutovi, Ph.D. za odborné vedení při vypracování mé diplomové práce, za užitečné rady, které mi poskytl, a v neposlední řadě za ochotu.

Anotační list

Jméno autora:	Tereza
Příjmení autora:	Budínová
Název práce česky:	Návrh a výroba prototypu laboratorního reaktoru z vysoce odolných konstrukčních materiálů
Název práce anglicky:	Design and Manufacture of a Prototype Laboratory Reactor Made of Highly Durable Construction Materials
Rozsah práce:	počet stran: 72
	počet obrázků: 32
	počet tabulek: 16
	počet příloh: 14
Akademický rok:	2017/2018
Jazyk práce:	čeština
Ústav:	Ú 12 118 – Ústav procesní a zpracovatelské techniky
Studijní program:	N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor:	2301T026 Procesní technika
Vedoucí práce:	prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D.
Oponent:	Ing. Jiří Denkstein
Konzultant práce:	-
Zadavatel:	ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Ú 12118

Anotace česky:

Diplomová práce se věnuje návrhu laboratorního reaktoru z vysoce odolných materiálů. Je provedena rešerše jednotlivých typů chemických reaktorů. Dle rešerše je zvolen typ budoucího reaktoru. Konstrukční materiál je vybrán na základě korozních zkoušek. V závislosti na zvoleném konstrukčním materiálu je proveden návrh laboratorního reaktoru. Diplomová práce detailně popisuje jednotlivé části reaktoru. Dimenzování jednotlivých částí je provedeno na základě platných norem. Laboratorní reaktor je vyroben a následně uveden do provozu. Navazuje návrh

čtvrťprovozního reaktoru, který vychází z ověřených „scale-up“ postupů. Je rozhodnuto o změně materiálového provedení a na základě požadavků jsou provedeny i některé změny konstrukce oproti laboratornímu reaktoru. Návrh se opět zakládá na pevnostním výpočtu jednotlivých tlakově namáhaných částí.

Anotace anglicky:

This thesis deals with design of a laboratory reactor made of highly durable materials. Decision on the type of laboratory reactor is based on research of existing chemical reactors. Construction material is selected on the basis of corrosion tests results. Laboratory reactor is designed with respect to material properties. This thesis deals with design of each component individually. Laboratory reactor operates under pressure; therefore the design process relies on respective calculations and standards. Laboratory reactor was manufactured and installed. This thesis follows with design of a pilot plant based on verified scale-up procedure. Decision to change construction material and design of certain parts of reactor affect the design process. Dimensioning is based on calculations in accordance with European standards.

Klíčová slova: chemické reaktory, korozní zkoušky, laboratorní reaktor, čtvrťprovozní reaktor, míchací zařízení, pevnostní výpočty

Využití: zásady návrhu reaktoru z vysoce odolných materiálů

Obsah

Úvod	13
1. Reaktory v chemickém průmyslu	15
1.1 Dělení dle charakteru toku.....	15
1.2 Vsádkové reaktory.....	15
1.2.1 Nádoba reaktoru	16
1.2.2 Přírubový spoj	17
1.2.3 Víko reaktoru.....	17
1.2.4 Míchání vsádky.....	18
1.2.5 Teperace reaktoru.....	20
2. Výběr vhodného konstrukčního materiálu	21
2.1 Dominantní složky prostředí	21
2.2 Vliv teploty a tlaku.....	21
2.3 Vliv proudění a abraze.....	22
2.4 Volba přípustných konstrukčních materiálů	22
2.4.1 Reakce s kyselinou octovou	22
2.4.2 Reakce s kyselinou chlorovodíkovou.....	22
2.4.3 Reakce se zředěnou kyselinou chlorovodíkovou a chloridovými ionty	23
2.4.4 Reakce s kyselinou sírovou.....	23
2.5 Povlaky	24
2.5.1 Fluoroplasty.....	24
2.5.2 Kovové povlaky.....	24
2.6 Výběr materiálů pro korozní testy	25
2.7 Složení zkoušených materiálů	26
2.8 Zásady pro provádění korozních zkoušek	27
2.9 Průběh korozních zkoušek	27
2.10 Vyhodnocení korozních zkoušek.....	31

2.11	Výběr materiálu.....	32
3.	Návrh laboratorního reaktoru.....	33
3.1	Nádoba laboratorního reaktoru.....	34
3.1.1	Výpočet dle EN 13 445	34
3.2	Víko laboratorního reaktoru	35
3.2.1	Výpočet dle ASME Section VIII	36
3.2.2	Hrdla.....	36
3.2.3	Narážky.....	37
3.3	Objímka CLAMP.....	37
3.3.1	Výpočet dle ASME Section VIII	38
3.4	Míchací zařízení.....	38
3.4.1	Magnetická spojka a pohon	38
3.4.2	Hřídél.....	39
3.4.3	Míchadlo.....	42
3.5	Temperace laboratorního reaktoru	43
3.6	Měření a regulace	44
3.7	Rám	44
3.8	Výkresy.....	45
4.	Provozní zkoušky laboratorního reaktoru.....	47
4.1	Dokumentace	47
4.1.1	Kategorie nádoby	47
4.1.2	Přehled použitého materiálu	48
4.2	Stavební a tlaková zkouška	48
4.3	Uvádění do provozu	49
5.	Návrh čtvrtprovozního reaktoru	51
5.1	„Scale-up“ reaktoru.....	51
5.1.1	Kritérium měrného příkonu	52
5.1.2	Změna geometrie	52

5.2	Materiálové provedení.....	54
5.3	Nádoba čtvrtprovozního reaktoru	55
5.3.1	Temperace reaktoru.....	55
5.3.2	Lem.....	56
5.4	Víko čtvrtprovozního reaktoru	57
5.4.1	Výpočet dle EN 13 445	57
5.4.2	Hrdla.....	57
5.5	Upínací svorníky	59
5.6	Míchací zařízení.....	59
5.6.1	Pohon	60
5.6.2	Ucpávka	61
5.6.3	Hřídél míchadla a míchadlo.....	61
5.7	Výkresy.....	63
	Závěr.....	65
	Seznam použité literatury	68

Seznam obrázků

Obrázek 1 - Vsádkové a průtočné reaktory [5]	15
Obrázek 2 - Vsádkový reaktor [6]	16
Obrázek 3 - Geometrie nádoby [9].....	17
Obrázek 4 - Míchací zařízení [8]	18
Obrázek 5 - Axiální (vlevo) a radiální míchadla [12].....	19
Obrázek 6 - Možnosti temperace chemických reaktorů [20].....	20
Obrázek 7 - Vzorčky materiálu C22 po 500 h korozních zkoušek [41]	31
Obrázek 8 - Návrh laboratorního reaktoru	33
Obrázek 9 - Nádoba reaktoru.....	34
Obrázek 10 - Víko reaktoru	36
Obrázek 11 - Objímka CLAMP	37
Obrázek 12 - Sestava víka reaktoru.....	38
Obrázek 13 - Štítek motoru PRE1999.....	41
Obrázek 14 - Závislost meze kluzu titanu na teplotě	41
Obrázek 15 - Třílopatkové míchadlo	42
Obrázek 16 - Spoj hřídele magnetické spojky a míchadla.....	42
Obrázek 17 - Sestava nádoby reaktoru	43
Obrázek 18 - Laboratorní reaktor - umístění na rámu	45
Obrázek 19 - Sestava laboratorního reaktoru.....	46
Obrázek 20- Laboratorní reaktor, model	46
Obrázek 21 - Laboratorní reaktor 1L.....	50
Obrázek 22 - Konstrukce čtvrtprovozního reaktoru.....	55
Obrázek 23 - Nádoba čtvrtprovozního reaktoru	56
Obrázek 24 - Víko čtvrtprovozního reaktoru.....	58
Obrázek 25 - Víko, detail hrdla s průhledítkem.....	58
Obrázek 26 - Hlavní přírubový spoj.....	59
Obrázek 27 - Míchací zařízení čtvrtprovozního reaktoru	60
Obrázek 28 - Dvojitá mechanická ucpávka HSHL-D EagleBurgmann [55].....	61
Obrázek 29 - Smaltovaná míchadla [56]	62
Obrázek 30 - Hydrogenační míchadlo	62
Obrázek 31 - Základní typy míchadel typu hydrofoil [16]	63
Obrázek 32 - Čtvrtprovozní reaktor 100L.....	64

Seznam tabulek

Tabulka 1 - Dominantní faktory koroze.....	21
Tabulka 2 – Složení nerezová ocel 1.4301.....	26
Tabulka 3 - Složení nerezová ocel 1.4361	26
Tabulka 4 - Složení nerezová ocel 1.4404	26
Tabulka 5 - Složení nerezová ocel 1.4541	26
Tabulka 6 - Složení nerezová ocel 1.4571	26
Tabulka 7 - Složení nerezová ocel 1.4845	26
Tabulka 8 - Složení Hastelloy B3.....	26
Tabulka 9 - Složení Hastelloy C4.....	26
Tabulka 10 - Složení Hastelloy C22.....	27
Tabulka 11 - Složení Ti (Gr.2).....	27
Tabulka 12 - Složení Ni	27
Tabulka 13 - Výsledky korozních zkoušek	30
Tabulka 14 - Tabulka hrdel	36
Tabulka 15 - Dokumentace k tlakové nádobě	47
Tabulka 16 – „Scale-up“ reaktoru	53

Seznam příloh

Obsah přiloženého CD:	Příloha 1 – Výpočet – Laboratorní reaktor, 1L
	Příloha 2 – Výpočet – Spoj typu CLAMP, ASME
	Příloha 3 – Dimenzování hřídele laboratorního reaktoru
	Příloha 4 – 400-001 – Laboratorní reaktor
	Příloha 5 – 400-002 – Nádoba reaktoru
	Příloha 6 – 400-006 – Objímka typu CLAMP
	Příloha 7 – 400-007 – Víko reaktoru
	Příloha 8 – Výpočet – Čtvrtprovozní reaktor, 100L
	Příloha 9 – Dimenzování hřídele čtvrtprovozního reaktoru
	Příloha 10 – 400-101 – Čtvrtprovozní reaktor
	Příloha 11 – 400-102 – Víko čtvrtprovozního reaktoru
	Příloha 12 – 400-103 – Pohon čtvrtprovozního reaktoru
	Příloha 13 – 400-104 – Hydrogenační míchadlo
	Příloha 14 – Text DP

Úvod

Chemický průmysl v naší společnosti stále zastává své nezvratitelné místo a nejinak tomu bude i v budoucnu. Svou produkcí ovlivňuje celou řadu odvětví a celkový technologický vývoj ve společnosti. Dle údajů Rady sdružení evropského chemického průmyslu (CEFIC) za rok 2016 [1] dosáhl obrát států Evropské unie v tomto odvětví na třetí místo – za výrazně dominující Čínu a na srovnatelnou pozici se státy tvořícími NAFTA (Severoamerickou dohodu o volném obchodu), tedy s USA, Kanadou a Mexikem.

Bude-li v budoucnu Evropa chtít svou pozici na světových trzích obhájit, ne-li navýšit, je třeba pokračovat ve výzkumu a vývoji nových látek a technologií výroby a vzhledem k dosavadní politice Evropské unie také ke snižování energetické náročnosti stávajících i nových výrobních procesů a snižování emisí. Klíčovým aspektem vývoje bude sloučení těchto požadavků na evropské půdě při zachování ekonomické konkurenceschopnosti ve světovém měřítku. Není to požadavek snadno splnitelný, světové velmoci mnohdy nesdílí stejný přístup k ochraně životního prostředí [2] a pro evropský chemický průmysl to znamená nárůst nákladů spojených s výrobou.

Přesto si Evropa svou pozici může zachovat. Chemický průmysl se vyznačuje vysokými požadavky na vzdělání pracovníků, které na evropské půdě má svou tradici. Jen je třeba neustrnout a pokračovat ve výzkumu nejen na evropských univerzitách a vysokých školách, ale pokračovat v tomto trendu i v různých výzkumných ústavech a soukromém sektoru.

Pro vývoj nových látek a výrobních procesů je vždy zapotřebí specializované vybavení. Zejména je tomu tak při práci se silně agresivními látkami nebo v korozně náročném prostředí. Konstruktor, který se na žádost zákazníka návrhu tohoto vybavení věnuje, musí ke své práci přistupovat s náležitým respektem a věnovat vysokou pozornost všem aspektům návrhu.

Vývoj nových látek a technologií výroby začíná v laboratoři. Chemický inženýr má jistou představu o tom, jaké syntézy bude v laboratorních podmínkách provádět, a tyto informace budou v počátcích práce konstruktéra stěžejní. Na jejich základě dochází k volbě konstrukčního materiálu, teprve poté je možno přistoupit k samotnému návrhu zařízení. Z dostupné literatury si konstruktér nebo korozní inženýr udělá představu o teoreticky vhodných materiálech. Ale protože se provádí nové syntézy, bude třeba provést kontrolní korozní zkoušky.

Z výsledků korozních zkoušek je již možno volit vhodný konstrukční materiál a tomu přizpůsobit podobu laboratorního reaktoru. Objem laboratorního reaktoru je malý, což

odpovídá malé spotřebě reaktantů a předchází zbytečnému plýtvání s často drahými vstupními surovinami.

Při teoretickém dalším postupu by bylo vhodné ověřit funkčnost konstrukce budoucího výrobního reaktoru a průběh reakcí na dalším malém reaktoru. Jeho objem by měl být takový, aby bylo možno ověřit a změřit reakční kinetiku. V praxi se však tento krok často vypouští, pro výzkumný ústav nebo laboratoř znamená navýšení vložených nákladů na výzkum a vývoj.

Proto se obvykle přistupuje rovnou k návrhu reaktoru čtvrt- nebo poloprovozního měřítka. Na takový reaktor se již kladou vysoké nároky s ohledem na konstrukci, provozní parametry, náročnost obsluhy apod. Součinnost konstruktéra, který je za návrh odpovědný, a chemického inženýra nebo technologa výroby, který bude následně s reaktorem pracovat, je důležitá. Konstruktor musí respektovat nároky obsluhy a navrhnout vhodné konstrukční řešení.

Pokud se výroba v menším měřítku osvědčí a firma nalezne pro nové látky odběratele a využití, dochází k objednání reaktoru provozního měřítka. Proces „scale-up“ neboli zvětšování vychází ze čtvrt- nebo poloprovozního reaktoru. Má svá pravidla, ale nejdůležitější je v tuto chvíli identifikovat případné záporné účinky těchto menších reaktorů, které byly zjištěny při jejich provozování a které by mohly snižovat výtěžnost produktů nebo zpomalovat průběh reakce.

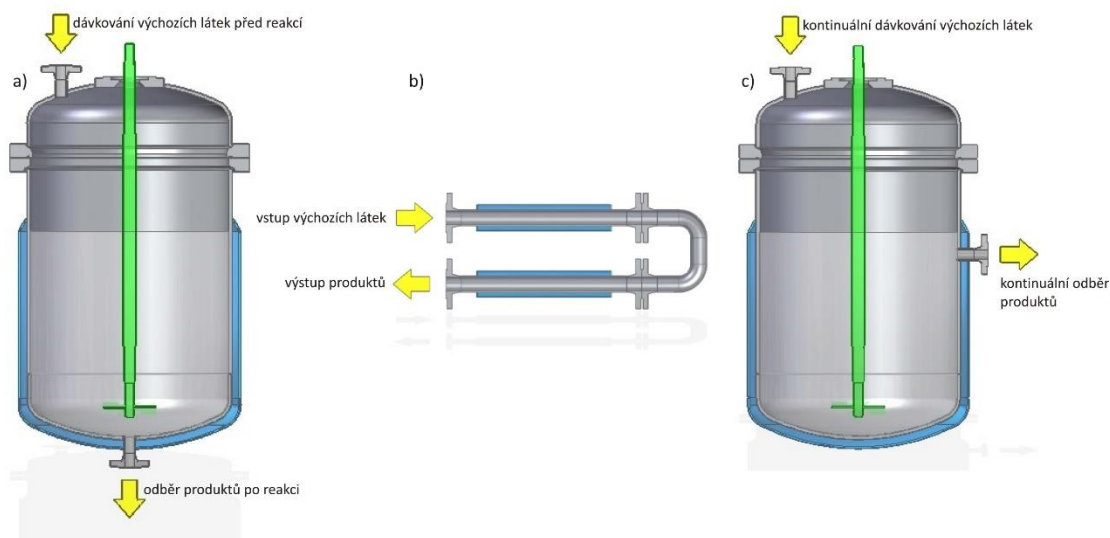
Pokud byl provozní reaktor navržen dle nejlepšího vědomí a svědomí konstruktéra a funguje ke spokojenosti zákazníka, práce konstruktéra na projektu končí. Pak je již jen na zákazníkovi, jak bude produkce nových látek pokračovat a zda bude přispívat ke konkurenceschopnosti firmy.

1. Reaktory v chemickém průmyslu

V chemickém průmyslu je možné setkat se s několika různými druhy reaktorů. Nejčastěji se setkáváme s dělením dle fází, které se v reaktoru nachází. Podle jejich počtu dělíme reaktory na homogenní (s výskytem jedné fáze) a heterogenní (s výskytem dvou nebo tří fází)[3].

1.1 Dělení dle charakteru toku

Další dělení reaktorů se zakládá na charakteru toku. Rozeznáváme reaktory vsádkové a průtočné (viz Obr. 1). Vsádkové reaktory jsou naplněny reaktanty, uzavřeny a probíhá v nich reakce až do kompletní přeměny surovin na produkty. U průtočných reaktorů je tomu jinak. Reaktanty jsou dávkovány kontinuálně, stupeň přeměny na produkty závisí na době setrvání v reaktoru [4]. Dále se dělí na průtočné reaktory s pístovým tokem a průtočné míchané reaktory. Někde na pomezí těchto dvou skupin potom stojí reaktory poloprůtočné.

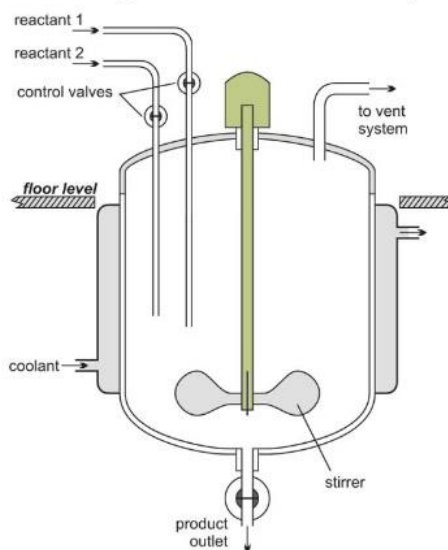


Obrázek 1 - Vsádkové a průtočné reaktory [5]

1.2 Vsádkové reaktory

Pro experimentální a laboratorní podmínky je výhodnější použití reaktorů vsádkových, příp. poloprůtočných, kde nedochází k nadměrné spotřebě vstupních surovin a reakce dobiehá až do samotného konce a kompletní přeměny reaktantů na produkty. Proto se jim budeme nadále věnovat.

Reaktory mohou být orientovány horizontálně nebo vertikálně. S horizontálním řešením se však setkáváme u vsádkových reaktorů výjimečně, častější užití je pro různé zásobníky nebo např. výměníky tepla. Obvyklá konfigurace takového vertikálního vsádkového reaktoru je znázorněna na následujícím obrázku.

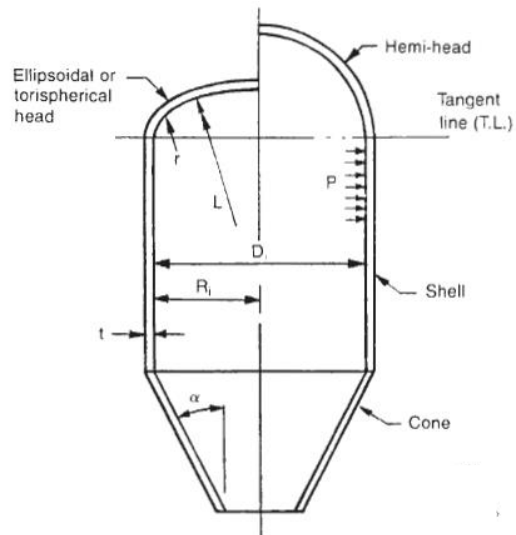


Obrázek 2 - Vsádkový reaktor [6]

1.2.1 Nádoba reaktoru

Velikost reaktoru vždy vychází z požadavků na velikost produkce. Proporce reaktoru poté vychází z návrhového poměru výšky hladiny k průměru nádoby 1:1[7]. Pro větší objemy výška nádoby reaktoru narůstá, stejný přístup volíme také při nárůstu provozního tlaku, štíhlejší nádoby jsou ekonomičtější.

Geometrie nádoby se různí. Nejčastěji se setkáváme s válcovými nádobami s nejrůznějšími tvary dna. Dno, ať už jakéhokoli tvaru, bývá k plášti připojeno svarovým spojem. Typ dna reaktorové nádoby se volí dle požadavků na výrobu. Jednoduchým, avšak hygienicky nejméně příznivým řešením je rovné dno. Pokud se jedná o míchání za přítomnosti pevné fáze, kterou chceme dostat do vznosu, je třeba počítat s možností, že po obvodu dna může docházet k jejímu usazování. Pro aplikace, kde je čistota procesu důležitá, se přikláníme k použití dna klenutého, polokulového nebo případně kuželovitého (viz Obr. 3). Klenutá dna mají obecně příznivé vlastnosti s ohledem na promíchávání vsádky. U hlubšího kuželovitého den se mohou vyskytnout problémy s promícháváním vsádky [8].



Obrázek 3 - Geometrie nádoby [9]

Pro snadnější promíchávání vsádky se do nádoby často umísťují různé vestavby. Zabraňují rotaci vsádky uvnitř reaktoru bez promíchávání jejích vrstev. Tyto vestavby se nazývají narážky a pro různé aplikace se hodí různá geometrická řešení.

1.2.2 Přírubový spoj

Někdy je výhodné rozhodnout o použití samostatného odnímatelného dna nebo víka, potom je svarový spoj nahrazen přírubovým.

V praxi se setkáváme s několika možnými provedeními přírubových spojů. Nejčastěji se setkáváme s klasickým provedením přírub spojených šrouby. Méně časté je pak použití šroubů sklopných. Jednodušší provedení hlavních přírub nabízí užití upínacích svorníků (známé provedení Walter G. Rathmann) [10]. Pro jednoduchou a rychlou manipulaci s přírubovým spojem se s výhodou užívá spojů typu „clapm“ s objímkami nebo „clamp“ řetězy. Další variantou je použití obruby a točivé příruby, v praxi se s nimi setkáme u hlavních přírub zřídka, ovšem pro provedení hrdel zejména u smaltovaných nádob jde o oblíbené řešení [11].

1.2.3 Víko reaktoru

Víko reaktoru, stejně jako jeho dno, může být k plášti připojeno svarovým nebo přírubovým spojem. Geometrické provedení víka reaktoru se taktéž neliší od provedení dna. V tomto případě však odpadá problém s čištěním u rovných vík. Obvykle nedochází k vyplnění celého vnitřního prostoru reaktoru vsádkou, nad hladinou bývá volný prostor vyplněný

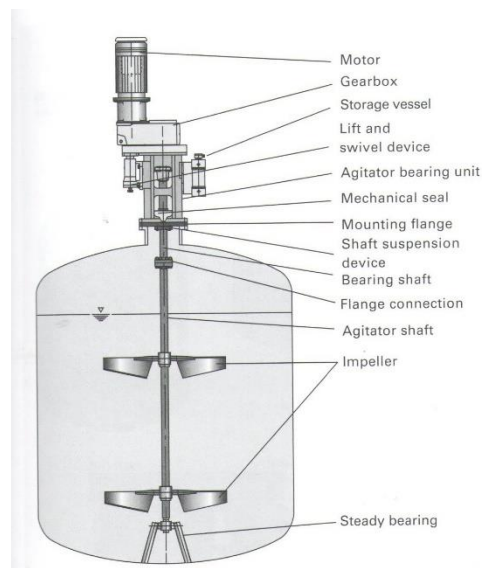
vzduchem nebo jiným plynem (typicky dusíkem). Tento prostor také poskytuje prostor pro tvorbu pěny [12].

Na víku bývají umístěna hrdla. Jejich provedení se liší dle velikosti reaktoru a dle účelu, jakému hrdlo slouží. V praxi se často setkáváme s hrdly přírubovými [13], s hrdly s obrubou a točivou přírubou nebo u menších reaktorů se šroubením (např. Superlok) [14] a hrdly v provedení „clamp“ [15]. Výjimečně, u větších reaktorů, se setkáme i s hrdly s upínacími svorníky. Často jde o hrdla s průhledítky.

Hrdla poskytují prostor pro vstup surovin do reaktoru, dále slouží k umístění různých prvků měření a regulace (např. teploměrné jímky, umístění manometrů, snímačů hladiny ad.), jedná se také o různé manipulační a kontrolní otvory (průhledítka, průřezy) a v neposlední řadě jde o otvory, kterými často prochází hřídel míchacích zařízení.

1.2.4 Míchání vsádky

Chceme-li dosáhnout homogenity vsádky uvnitř reaktoru, je nejlepším řešením promíchávání obsahu nádoby. Nejčastějším řešením je mechanicky vyvolané proudění vsádky reaktoru. Konfigurace takového míchacího zařízení je znázorněna na následujícím obrázku.



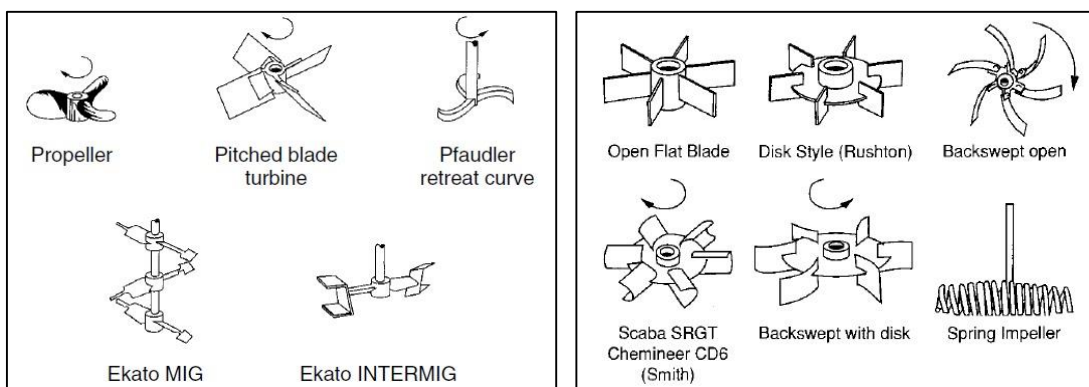
Obrázek 4 - Míchací zařízení [8]

Míchací zařízení se obvykle skládá z pohonu, hřídele, ucpávky, spojky, hřídele míchadla a míchadla. Pohon samotný se obvykle skládá z motoru (nejčastěji asynchronního elektromotoru, méně pneumatického nebo hydraulického motoru), převodovky a uložení

hřídele umístěného ve stojanu pohonu. Hřídel pohonu bývá s hřídelí míchadla spojená pomocí spojky, pokud se nejedná o jediný kus.

Pro tlakové nádoby, jimž se budeme dále věnovat, se užívají ucpávky mechanické. Skládají se z pevné části, která je spojena s přírubou, a rotační části, která se otáčí společně s hřídelí. Plynulý chod ucpávky umožňuje mazací medium, jeho nevýhodou je však možnost kontaminace obsahu aparátu. S tímto problémem se částečně vyrovnávají dvojité mechanické ucpávky [16] a zcela jej eliminují magnetické spojky. Jejich nevýhodou ovšem je poměrně malý přenášený krouticí moment [17].

Výběr míchadla se vždy řídí vlastnostmi vsádky. Existuje velmi široká škála míchadel pro různé aplikace. Nejzákladnější dělení míchadel do skupin odráží jejich schopnost vyvolat proudění určitého směru, dělíme je na axiální, radiální a tangenciální [12], (viz Obr. 5). Řada používaných míchadel je ale schopna vyvolat proudění vsádky do více hlavních směrů.



Obrázek 5 - Axiální (vlevo) a radiální míchadla [12]

Míchadla je možné dělit také na pomaluběžná a rychloběžná, dle obvodové rychlosti na konci lopatek a dále dle poměru průměru míchadla k průměru nádoby [18]. Pro vsádku o vyšší viskozitě je vhodné navrhnout reaktor s pomaluběžným míchadlem.

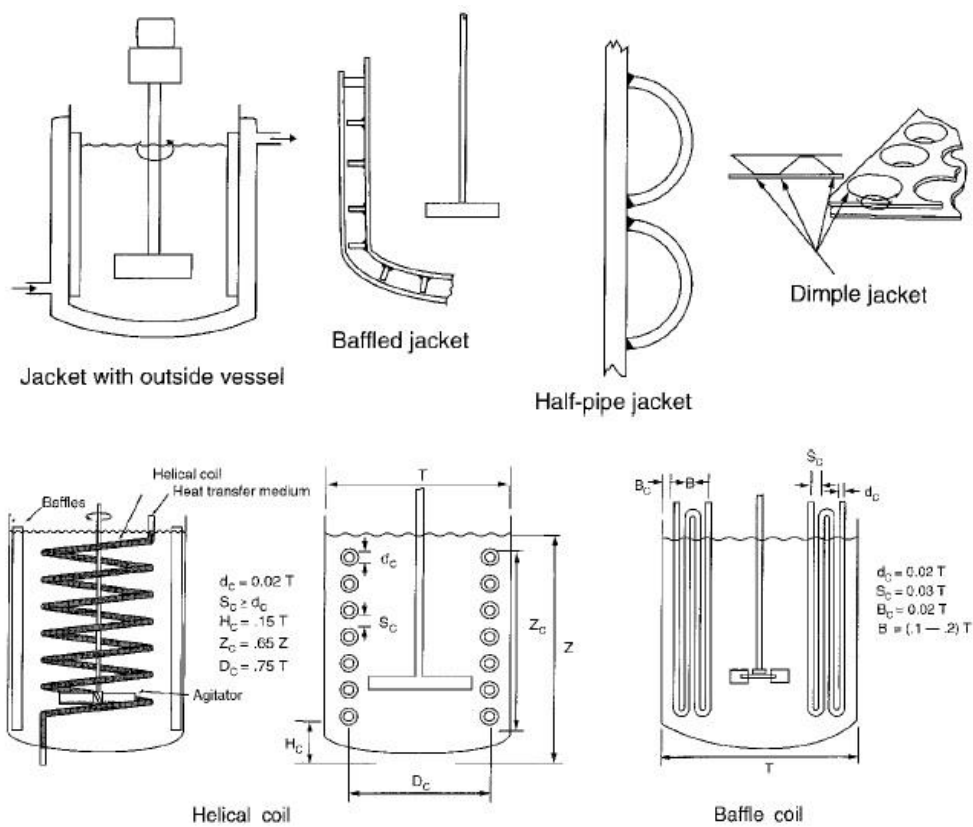
Popisovaná míchací zařízení jsou obvykle umístěna centrálně na víku nádoby. Je-li míchací zařízení umístěno mimo osu aparátu, odpadá nutnost použití narážek, nedochází k vytvoření středového víru [8]. Zjistíme-li při návrhu velké zatížení míchadla ohybovým momentem, je možné přistoupit k umístění míchadla na dno nádoby. Dosáhneme výrazného zkrácení hřídele, ovšem může se vyskytnout problém s těsností. Boční umístění míchadla se pro výrobní zařízení vyskytuje zřídka.

Variantou k mechanickému promíchávání vsádky je hydraulické nebo pneumatické míchání [19]. Hydraulické míchání využívá promíchání vsádky za pomoci čerpadla a trysek. Pneumatické míchání využívá přívodu vzduchu (nebo jiného plynu) do reaktoru. Obvykle nemá

velkou efektivitu a využívá se jej jako doplňkového promíchávání pro procesy, kde je zmíněný plyn nezbytný pro průběh reakce.

1.2.5 Temperace reaktoru

Pro průběh reakce je mnohdy nezbytné také ohřívání vsádky nebo naopak odvod tepla. Výměna tepla probíhá přes teplosměnné plochy, které mohou být umístěné uvnitř i vně nádoby reaktoru (viz Obr. 6). Nejčastěji se užívá duplikátorový plášť, pro usměrnění toku teplosměnného média uvnitř duplikátorového pláště je možné jej vybavit usměrňovací spirálou. Lepší tok média poskytuje půltrubkový topný had, jeho výhodou je také zvýšení pevnosti nádoby.



Obrázek 6 - Možnosti temperace chemických reaktorů [20]

Aparát je možné ohřívát také různými topnými pásy nebo spirálami. Odpadá tak nutnost rozvodů topného média ve výrobním prostoru. Pokud není problém s vyvedením obsahu reaktoru mimo nádobu, je možné ohřívát vsádku v externím výměníku a zároveň takto provádět její hydraulické promíchávání [20].

2. Výběr vhodného konstrukčního materiálu

Ve spolupráci dvou firem probíhá projekt zaměřený na vývoj nových technologických postupů a pokročilých konstrukcí technologických zařízení pro provádění heterogenních katalytických reakcí v kapalně fázi v silně korozivním prostředí za zvýšeného tlaku a teploty. [21] Cílem projektu je na straně výzkumného ústavu vývoj technologií heterogenních katalytických tlakových reakcí. Na straně konstrukční firmy potom návrh, konstrukce, výroba a instalace laboratorního reaktoru z vysoce odolných konstrukčních materiálů a experimentální čtvrtprovozní aparatury pro ověřovací syntézu nových chemikálií. Pro návrh obou zařízení bylo na základě předpokládaných modelových hydrogenačních syntéz vybráno několik možných vhodných materiálů.

2.1 Dominantní složky prostředí

U každé z modelových hydrogenačních syntéz můžeme předpokládat, že na korozi budou mít největší vliv tzv. dominantní složky prostředí. Pro kovové materiály obecně platí, že vliv přítomných agresivních anorganických chemikálií na korozi bude výrazně vyšší u organických látek. Proto došlo ke stanovení těchto dominantních faktorů koroze [22], (viz Tab. 1).

Látka	Chemický vzorec	Koncentrace [%]	Teplota [°C]
Kyselina octová	CH ₃ COOH		25 ÷ 60
Kyselina chlorovodíková	HCl	10 ÷ 35	40 ÷ 60
Kyselina chlorovodíková, Cl ionty	HCl, Cl ⁻	< 0,04	80 ÷ 100
Kyselina chlorovodíková, Cl ionty	HCl, Cl ⁻	4 ÷ 5	70
Kyselina sírová	H ₂ SO ₄	20 ÷ 30	5 ÷ 10

Tabulka 1 - Dominantní faktory koroze

2.2 Vliv teploty a tlaku

Výrazný vliv na rychlost koroze má teplota. V některých případech dokonce může nárůst teploty o 10 °C zvýšit rychlost koroze až o jeden řád [22]. Hydrogenační syntézy probíhající v obou navrhovaných aparátech budou probíhat za zvýšené teploty, což bude mít vliv na rychlost korozních procesů.

Tlak plánovaných syntéz vystoupá maximálně na 40 bar. Vliv tlaku na korozní procesy není výrazný, uvádí se pouze mírně zhoršující vliv na celkovou rychlost koroze. Vliv teploty bude dominantní.

2.3 Vliv proudění a abraze

Proudění obecně zvyšuje korozní rychlost, výjimkou jsou dobře pasivovatelné materiály (např. titan, speciální korozivzdorné oceli [22]), kde proudění pasivaci zlepšuje a tím dochází ke zvýšení korozní odolnosti materiálů.

Předpokládané heterogenní katalytické reakce budou probíhat v kapalně fázi, pevné látky, které by způsobovaly abrazi zařízení, se v reakcích nevyskytují. Abraze všeobecně snižuje pasivační vrstvu a v závislosti na tom také korozní odolnost materiálu. Pokud se pevné látky, jako v tomto případě, nevyskytují, nabízí se možnost využití různých plastových (např. flouroplastových) nebo kovových (např. tantalových) povlaků.

Protože se však jedná o výzkum a vývoj nových syntéz, nemůžeme vyloučit případné rozhodnutí o zahrnutí dalších nepředpokládaných syntéz, kde by již pevná fáze mohla být přítomná jako reaktant nebo vznikající produkt. V takovém případě by dle závislosti na charakteru a vlastnostech pevné fáze k abrazi mohlo dojít, což by znamenalo snížení korozní odolnosti povlaků nebo samotných konstrukčních materiálů.

2.4 Volba přípustných konstrukčních materiálů

2.4.1 Reakce s kyselinou octovou

Pro reakce s dominantním vlivem kyseliny octové můžeme vybírat z poměrně široké palety materiálů. Nejčastěji se volí austenitické CrNiMo oceli, u kterých dochází k pasivaci materiálu a tento stav se pro různé koncentrace a teploty reakce nemění.

Dražší variantou jsou niklové slitiny typu Hastelloy B a C nebo slitiny niklu a mědi, tj. monely. Výjimečně se využívá také titanu nebo chemicky odolného smaltu.

2.4.2 Reakce s kyselinou chlorovodíkovou

Kyselina chlorovodíková je z uvedených dominantních složek prostředí látkou nejagresivnější a pro výběr materiálu nejnáročnější. Literatura uvádí jistou použitelnost slitiny Hastelloy B, avšak za vyšších koncentrací a za zvýšené teploty může docházet ke korozním úbytkům i 0,5 mm/rok [22]. Velká pozornost by pak měla být věnována svarům.

Titan má omezenou použitelnost. Pro komerčně čistý titan (Gr. 2) při pokojové teplotě uvádí více zdrojů odolnost pouze 7% kyselině chlorovodíkové [23]. Se stoupající teplotou se

koncentrace kyseliny, které by materiál odolával, výrazně snižuje. Při 80 °C je Ti odolný HCl o koncentraci nižší než 3 % [24].

Plnou odolnost zaručuje tantal, zirkon nebo chemický smalt, který je také pro tyto reakce materiálem nejpoužívanějším.

2.4.3 Reakce se zředěnou kyselinou chlorovodíkovou a chloridovými ionty

Výběr materiálů bude obdobný jako u reakcí s koncentrovanější kyselinou chlorovodíkovou. Niklové slitiny typu Hastelloy B a C díky nižším koncentracím HCl slibují nižší korozní úbytky, proto je možné je v tomto případě označit za použitelné.

Velmi nízká koncentrace (0,04 %) umožňuje spolehlivé využití titanu, pro vyšší koncentraci (4 ÷ 5 %) se pohybujeme na hranici použitelnosti, podmínkou pro volbu tohoto materiálu tak budou korozní testy.

Korozivzdorné austenitické oceli CrNi a CrNiMo jsou ohroženy mezikrystalovou korozí a korozním praskáním pod napětím především účinkem chloridových iontů, jejich použití se nedoporučuje [22].

2.4.4 Reakce s kyselinou sírovou

Jedná se o specifické prostředí, mezi vstupními surovinami převládá vliv kyseliny sírové, která může reagovat s etanolem na kyselinu etylsírovou. Její vlastnosti se výrazně neliší od kyseliny sírové. Střední koncentrace kyseliny sírové vytváří korozně nejagresivnější prostředí.

Austenitické korozivzdorné oceli se z většiny nedají použít, výjimkou mohou být oceli legované mědí [22]. Tento typ se však nehodí pro roztoky s obsahem HCl. U niklových slitin je vhodné se při nižších koncentracích kyseliny přiklonit k typu Hastelloy B, u vyšších koncentrací naopak k typu C. Odolnost titanu se značně mění v závislosti na koncentraci kyseliny, je proto vhodné ověřit jeho korozní odolnost testem. Speciální kovy – tantal a zirkon – zaručují plnou odolnost až do koncentrace 90 %, které se při předpokládaných syntézách nedosahuje.

2.5 Povlaky

Pokud žádný z navrhovaných konstrukčních materiálů nevyhovuje, je možné využít výhod materiálů, které sice nelze využít pro základní konstrukci aparátů, ale jejich vlastnosti ve formě povlaků zajistí vhodnou korozní odolnost.

2.5.1 Fluoroplasty

Požadovanou chemickou odolnost nabízí hned několik fluoroplastových povlaků: Halar (ECTFE), Hyflon (ETFE) nebo Rubyred (PFA). Nejlepší vlastnosti v tomto směru nabízí poslední jmenovaný – PFA [25], který zaručuje plnou odolnost u všech předpokládaných reakcí.

Nevýhodou povlaků je nízká odolnost abrazi, která nemusí být na škodu, pokud nedojde k zahrnutí nových nepředpokládaných syntéz, při kterých vznikají pevné částice. Další nevýhodou je nízká odolnost difuzi zejména pro nízkomolekulární látky, ačkoli výrobci se s tímto problémem snaží vyrovnat. Při difuzi nedochází k chemickým změnám povlaku, povlak se odtrhává od podkladu, což není s ohledem na konstrukci žádoucí jev.

2.5.2 Kovové povlaky

Korozní odolnost většiny kovů byla popsána výše. Jejich vlastnosti umožňují s nimi pracovat jako s konstrukčními materiály, není tedy třeba uvažovat jejich použití jako povlakového materiálu.

Jedinou výjimkou je v tomto směru tantal. Jde o měkký materiál, jako základní materiál méně vhodný. Jeho korozní odolnost je ale vysoká, proto lze uvažovat o jeho použití ve formě povlaku. Na trhu je nabízen společností Tantaline® [26], která deklaruje vyšší odolnost chemikáliím než pro Hastelloy B i C, titan nebo zirkon. Mechanické vlastnosti základního materiálu se použitím povlaku nemění.

Tloušťka povlaku je přibližně 50 μm , což může způsobovat problémy při abrazi pevnými látkami nebo při nepatrné manipulaci s aparátem. Jakákoli rýha v povlaku by znamenala korozi základního materiálu.

2.6 Výběr materiálů pro korozní testy

Byly zváženy všechny výhody a nevýhody použití všech výše zmíněných materiálů a jejich odolnost v různých prostředích. Nejvýhodnějším řešením by byla volba smaltovaného reaktoru z korozivzdorné oceli. Pro laboratorní reaktor, který má malý objem, je ale toto řešení omezeno konstrukčními požadavky na povrchy určené ke smaltování. Je třeba dodržovat vhodné minimální zaoblení pro přechody mezi geometricky různými plochami, což je pro malé rozměry reaktoru problematické.

Plnou korozní odolnost slibuje tantal, respektive tantalový povlak. Po objednání vzorků od firmy Tantaline® a zhodnocení kvality povrchu nejprve opticky a následně zkušebním vrypem, bylo rozhodnuto, že tento povrch nevyhovuje požadavkům zákazníka. Povlaková vrstva byla tenká a měkká, jen malá neopatrnost při manipulaci by znamenala znehodnocení povrchu. Vzorky nebyly do korozních zkoušek zařazeny.

Již diskutovaný PFA povlak reaktoru z korozivzdorné oceli by nabízel vhodnou korozní odolnost, bohužel pro jeho nízkou odolnost difuzi se jeho použití z konstrukčního hlediska nedoporučuje.

Mezi materiály slibující vhodnou korozní odolnost a též mechanické vlastnosti patří titan a niklové slitiny typu Hastelloy B a C. Pro některá prostředí se vyskytují jistá omezení jejich použitelnosti, která je třeba pečlivě zvážit. U titanu je třeba se zaměřit na prostředí s nízkou koncentrací HCl, údaje v literatuře se v tomto bodě často mírně rozcházejí. Jeho případnému použití však nahrává rychlá pasivace povrchu. Niklové slitiny v literatuře slibují vyhovující odolnost HCl, to však neplatí pro svarové oblasti.

Do korozních testů bude tedy zahrnut komerčně čistý titan (Gr. 2), 3 typy niklových slitin (B3, C4 a C22) a pro srovnání také komerčně čistý nikl.

Korozní odolnost je u korozivzdorných ocelí v prostředích s uvedenými dominantními složkami přinejmenším sporná. Menší odchylky ve složení těchto ocelí mohou znamenat zvýšení korozní odolnosti v některém předpokládaných prostředí, ovšem v jiném naopak korozní odolnost klesne. Pro korozní zkoušky bylo vybráno 6 typů korozivzdorných ocelí (1.4301, 1.4361, 1.4404, 1.4541, 1.4571, 1.4845).

2.7 Složení zkoušených materiálů

Následující tabulky uvádí složení materiálů vybraných pro korozní testy, jak je uvádí výrobci a dodavatelé.

Korozivzdorná ocel 1.4301 [27]

Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	N [%]
17,0÷19,5	8,0÷10,5	0,00	0,07 _{max}	1,00 _{max}	2,00 _{max}	0,045 _{max}	0,030 _{max}	0,11 _{max}

Tabulka 2 – Složení nerezová ocel 1.4301

Korozivzdorná ocel 1.4361 [28]

Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	N [%]
16,5÷18,5	14,0÷16,0	0,20 _{max}	0,015 _{max}	3,7÷4,5 _{max}	2,00 _{max}	0,025 _{max}	0,01 _{max}	0,11 _{max}

Tabulka 3 - Složení nerezová ocel 1.4361

Korozivzdorná ocel 1.4404 [29]

Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	N [%]
16,5÷18,5	10,0÷13,0	2,00÷2,50	0,03 _{max}	1,00 _{max}	2,00 _{max}	0,045 _{max}	0,015 _{max}	0,11 _{max}

Tabulka 4 - Složení nerezová ocel 1.4404

Korozivzdorná ocel 1.4541 [30]

Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Ti [%]
17,0÷19,0	9,0÷12,0	0,00	0,08 _{max}	1,00 _{max}	2,00 _{max}	0,045 _{max}	0,015 _{max}	> 5·C ÷ 0,70 _{max}

Tabulka 5 - Složení nerezová ocel 1.4541

Korozivzdorná ocel 1.4571 [31]

Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Ti [%]
16,5÷18,5	10,5÷13,5	2,00÷2,50	0,08 _{max}	1,00 _{max}	2,00 _{max}	0,045 _{max}	0,03 _{max}	> 5·C ÷ 0,70 _{max}

Tabulka 6 - Složení nerezová ocel 1.4571

Žárovzdorná ocel 1.4845 [32]

Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	N [%]
24,0÷26,0	19,0÷22,0	0,00	0,10 _{max}	1,50 _{max}	2,00 _{max}	0,045 _{max}	0,015 _{max}	0,11 _{max}

Tabulka 7 - Složení nerezová ocel 1.4845

Hastelloy B3, slitina [33]

Ni [%]	Mo [%]	Cr [%]	Fe [%]	W [%]	Mn [%]	Co [%]	Al [%]	Ti [%]	Si [%]
65,0 _{min}	28,5	1,50	1,50	3,00 _{max}	3,00 _{max}	3,00 _{max}	0,50 _{max}	0,20 _{max}	0,10 _{max}

C [%]	Nb [%]	V [%]	Cu [%]	Ta [%]	Zr [%]
0,01 _{max}	0,20 _{max}	0,20 _{max}	0,20 _{max}	0,20 _{max}	0,01 _{max}

Tabulka 8 - Složení Hastelloy B3

Hastelloy C4, slitina [34]

Ni [%]	Co [%]	Cr [%]	Mo [%]	Fe [%]	Mn [%]	Ti [%]	Si [%]	C [%]	Cu [%]
65,0 _{bal}	2,00 _{max}	16,0	16,0	3,00 _{max}	1,00 _{max}	0,70 _{max}	0,08 _{max}	0,01 _{max}	0,50 _{max}

Tabulka 9 - Složení Hastelloy C4

Hastelloy C22, slitina [35]

Ni [%]	Co [%]	Cr [%]	Mo [%]	W [%]	Fe [%]	Si [%]	Mn [%]	C [%]	V [%]
56,0 _{bal}	2,50 _{max}	22,0	13,0	3,00	3,00	0,08 _{max}	0,50 _{max}	0,010 _{max}	0,35 _{max}

Tabulka 10 - Složení Hastelloy C22

Titan (Ti, Gr. 2), komerčně čistý [36]

C [%]	O [%]	Fe [%]	H [%]	N [%]
0,08 _{max}	0,25 _{max}	0,30 _{max}	0,015 _{max}	0,030 _{max}

Tabulka 11 - Složení Ti (Gr.2)

Nikl (Ni), komerčně čistý [37]

C [%]	Fe [%]	Mn [%]	Si [%]	Cu [%]	S [%]
0,15 _{max}	0,40 _{max}	0,35 _{max}	0,35 _{max}	0,25 _{max}	0,01 _{max}

Tabulka 12 - Složení Ni

2.8 Zásady pro provádění korozních zkoušek

Při provádění korozních zkoušek byly dodrženy zásady pro jejich provádění uvedené v normě ČSN ISO 11 845 [38].

Každý výsledek zkoušky je třeba ověřit, proto pro každý materiál byly vyrobeny tři zkušební vzorky. Každý z těchto vzorků byl zřetelně označen – vyražením označení materiálu a pořadového čísla vzorku. Stav vzorku má být co nejpodobnější stavu materiálu po zpracování, tedy pokud požadujeme odzkoušení svarů, je třeba opatřit vzorek svarem. Vzorky byly opatřeny otvory pro zavěšení do zkušební aparatury.

Množství korozního prostředí se stanovuje poměrem k ploše povrchu vzorku, tzn. minimálně 10 ml/cm². Plocha povrchu vzorku je taktéž stanovena, a to nejnížší možnou hranicí 25 cm².

2.9 Průběh korozních zkoušek

Byly provedeny dlouhodobé korozní zkoušky. Korozní odolnost byla sledována u 11 materiálů. Pro zkoušky bylo vybráno jediné z původních předpokládaných korozních prostředí, které se nejvíce shoduje s budoucími výzkumnými záměry zákazníka. Tím se dosáhlo urychlení procesu zkoušení materiálů a především výrazného snížení nákladů na zkoušky ze strany zákazníka.

Korozní zkoušky byly prováděny při teplotě okolí v korozním prostředí s následujícím složením [39]:

2-(2-hydroxyethyl)piperidin	24,6 %
Etanol (100%)	53,8 %
Voda	14,4 %
Kyselina chlorovodíková (100%)	7,0 %.

Cílem korozních zkoušek je stanovení stavu vzorků ve více vhodných okamžicích a jejich porovnání s počátečním stavem. Vzorky byly nafoceny a zváženy před vystavením koroznímu prostředí. Jejich stav byl následně zkoumán po 200, 500, 1000 a 2000 hodinách vystavení koroznímu prostředí. Vzorky byly zváženy, hodnocen byl úbytek hmotnosti, úbytek hmotnosti vztažený na jednotku plochy a vzhled vzorků.

Následující tabulka shrnuje stav vzorků před korozní zkouškou a jejich stav po 2000 hodinách vystavení koroznímu prostředí [40].

Vzorek							Korozní působení					
materiál	označení	a [mm]	b [mm]	c [mm]	plocha [cm ²]	hmotnost [g]	čas [h]	vzhled	hmotnost [g]	úbytek hmotnosti [g]	úbytek hmotnosti [%]	úbytek/plocha [g/cm ²]
1.4301	.	43,75	25,33	2,06	25,01	14,5002	2000	důlky	13,8503	0,6499	4,4820	0,0260
1.4301	..	45,89	30,44	2,06	31,08	21,7947	2000		20,9777	0,8170	3,7486	0,0263
1.4301	...	44,25	29,60	1,49	28,40	15,0370	2000		14,5435	0,4935	3,2819	0,0174
1.4361	.	26,72	34,84	3,18	56,21	59,4195	2000	důlková koroze hran	58,7026	0,7169	1,2065	0,0128
1.4361	..	26,72	33,79	3,14	54,69	57,6504	2000		56,9766	0,6738	1,1688	0,0123
1.4361	...	26,72	34,95	3,18	56,37	59,4454	2000		58,7251	0,7203	1,2117	0,0128
1.4404	.	45,06	34,65	2,02	34,45	24,3831	2000		23,8393	0,5438	2,2302	0,0158
1.4404	..	43,85	30,25	2,00	29,49	20,7189	2000	1/2 lesklé	20,0111	0,7078	3,4162	0,0240
1.4404	...	43,87	30,00	2,03	29,32	20,3263	2000		19,8405	0,4858	2,3900	0,0166
1.4541	.	45,80	30,57	2,97	32,54	31,3883	2000	u svarů důlková koroze	30,2832	1,1051	3,5207	0,0340
1.4541	..	45,46	29,53	2,03	29,89	20,3542	2000		19,4400	0,9142	4,4915	0,0306
1.4541	...	45,77	29,89	2,05	30,46	20,3084	2000		19,3945	0,9139	4,5001	0,0300
1.4571	.	48,26	30,97	3,97	36,18	45,3826	2000	důlky	44,5497	0,8329	1,8353	0,0230
1.4571	..	46,39	29,02	3,97	32,91	41,0566	2000		40,2131	0,8435	2,0545	0,0256
1.4571	...	45,88	30,28	3,99	33,86	42,6550	2000		41,6177	1,0373	2,4318	0,0306
1.4845	.	44,49	29,97	4,98	34,08	51,3185	2000	u svarů důlková koroze	47,8711	3,4474	6,7177	0,1011
1.4845	..	46,21	29,51	4,98	34,81	51,9016	2000		48,4372	3,4644	6,6749	0,0995
1.4845	...	45,30	29,64	4,97	34,30	51,0118	2000		47,8035	3,2083	6,2893	0,0935
B3	.	47,16	28,78	3,27	32,11	39,0568	2000	vyleštěné	37,3035	1,7533	4,4891	0,0546
B3	..	46,79	29,36	3,29	32,49	39,8975	2000		38,1916	1,7059	4,2757	0,0525
B3	...	47,21	29,63	3,30	33,05	39,5262	2000		37,6237	1,9025	4,8133	0,0576

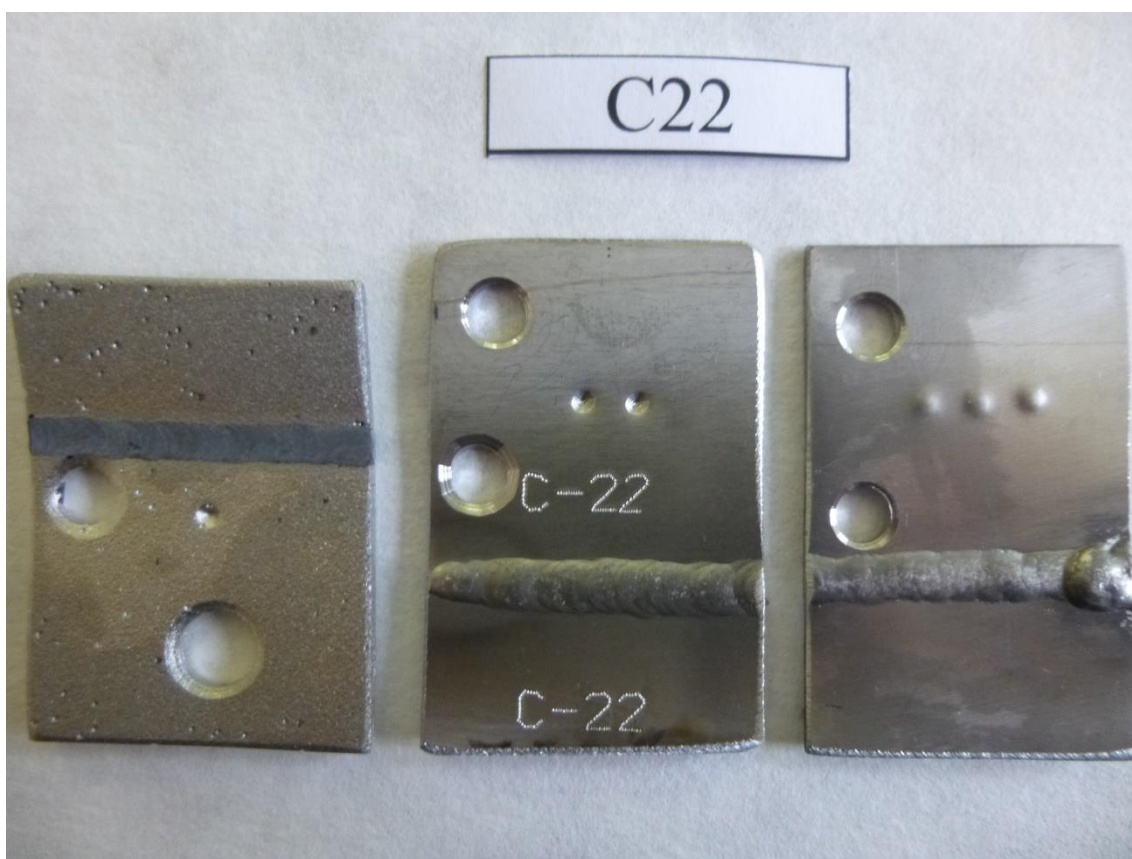
Vzorek							Korozní působení					
materiál	označení	a [mm]	b [mm]	c [mm]	plocha [cm ²]	hmotnost [g]	čas [h]	vzhled	hmotnost [g]	úbytek hmotnosti [g]	úbytek hmotnosti [%]	úbytek/plocha [g/cm ²]
C4	.	50,50	28,69	2,50	32,94	29,5403	2000	lesklé	29,5395	0,0008	0,0027	0,0000
C4	..	49,11	28,25	2,47	31,57	28,4972	2000		28,4913	0,0059	0,0207	0,0002
C4	...	48,65	28,80	2,49	31,88	28,6958	2000		28,6947	0,0011	0,0038	0,0000
C22	.	41,26	30,63	2,20	28,44	18,6737	2000	rozpad ve svaru	15,3299	3,3438	17,9065	0,1176
C22	..	45,37	29,86	1,68	29,62	18,3575	2000		18,3556	0,0019	0,0103	0,0001
C22	...	46,52	29,66	1,58	30,00	18,7220	2000		18,7198	0,0022	0,0118	0,0001
Nikl	.	45,66	30,40	2,05	30,88	23,5679	2000		patina	19,7813	3,7866	16,0668
Nikl	..	45,66	30,53	2,10	31,08	23,3461	2000	19,5786		3,7675	16,1376	0,1212
Nikl	...	45,73	30,44	2,08	31,01	23,5993	2000	19,7502		3,8491	16,3102	0,1241
Titan	.	44,97	29,78	3,65	32,24	20,2121	2000		20,2118	0,0003	0,0015	0,0000
Titan	..	46,12	30,60	3,72	33,93	22,2230	2000		22,2222	0,0008	0,0036	0,0000
Titan	...	45,98	29,62	3,50	32,53	21,0102	2000		21,0090	0,0012	0,0057	0,0000

Tabulka 13 - Výsledky korozních zkoušek

2.10 Vyhodnocení korozních zkoušek

Z výsledků korozních zkoušek vyplývá, že všechny typy korozivzdorných ocelí nejsou pro konstrukci navrhovaných reaktorů vhodné, což ovšem není velkým překvapením. U většiny z nich se objevila důlková koroze, ať už po celém jejich povrchu, na hranách, nebo u svarů. Jedinou výjimkou byla korozivzdorná ocel 1.4404, kde pouze jediný ze tří vzorků změnil vzhled svého povrchu, ovšem u všech tří vzorků došlo ke koroznímu úbytku materiálu (viz Obr.7).

Niklové slitiny typu Hastelloy vyšly z korozních zkoušek o něco lépe. Typ B3 vykazoval větší korozní úbytky, nebyl proto zahrnut do užšího výběru materiálů. U materiálu Hastelloy typu C korozní úbytky nebyly vysoké. U C4 byl povrch zkušebních vzorků po ukončení testů lesklý a korozní úbytky hmotnosti byly velmi malé. U C22 byly výsledky ve dvou ze tří zkušebních vzorků velmi dobré a materiál by mohl být prohlášen za vyhovující. U třetího vzorku však došlo k rozpadu ve svaru, koroze značně postoupila. Celkový vzhled třetího vzorku neodpovídal vzhledu ostatních dvou a byl učiněn závěr, že mohlo dojít k záměně materiálů.



Obrázek 7 - Vzorky materiálu C22 po 500 h korozních zkoušek [41]

Pro srovnání byl do zkoušek zahrnut i komerčně čistý nikl. Zkušební vzorky získaly po vystavení koroznímu prostředí jistou patinu a korozní úbytky hmotnosti byly ve srovnání s ostatními materiály skutečně velké. Materiál požadavkům nevyhovoval.

Nejlépe z korozních zkoušek vyšel komerčně čistý titan. Ani po 2000 h vystavení koroznímu působení prostředí nedošlo ke změně vzhledu zkušebních vzorků a změny hmotnosti zkušebních vzorků se pohybovaly v řádu deseti tisíců gramů, lze tedy říci, že v podstatě nedošlo k úbytku hmotnosti vlivem koroze.

2.11 Výběr materiálu

Při výběru materiálu pro oba navrhované reaktory se vycházelo jak z rešerše z dostupných literárních zdrojů, tak korozních zkoušek.

Jelikož pro malý laboratorní reaktor nepřicházelo z konstrukčních důvodů v úvahu použití smaltu, vybíralo se z několika málo materiálů, které vykazovaly v korozních zkouškách příznivé vlastnosti. Rozhodnutí padlo na komerčně čistý titan, který ze zkoušek vyšel nejlépe a pro většinu předpokládaných reakcí je doporučován i literaturou. Zvažovalo se také použití materiálu Hastelloy typu C22, což by znamenalo mírnou úsporu výrobních nákladů, ale také opakování korozních zkoušek. Jelikož obě strany (zákazník a konstruktér) byly s výběrem spokojeny, nebylo tohoto kroku zapotřebí.

Pro čtvrtprovozní reaktor již konstrukční omezení spojená s nutnými zaobleními ve výrazných přechodech mezi plochami nepředstavují takový problém jako u malého reaktoru. Smaltovaný reaktor by v tomto případě připadal v úvahu. Dokonce by byl ekonomicky nejvýhodnější variantou řešení. Jeho korozní odolnost dle literárních zdrojů pokrývá téměř všechny předpokládané reakce a pravděpodobně by dovozoval případné další užití pro celou řadu nových v současné době nepředpokládaných syntéz.

Další variantou by byl návrh reaktoru z materiálu Hastelloy typu C22 s opakováním korozních zkoušek a ověřením jeho korozní odolnosti.

Poslední variantou by byl titanový reaktor. Korozní odolnost již byla diskutována, je vyhovující. Ovšem větší reaktor vyrobený z titanu by znamenal vysoké náklady na výrobu. Variantou by bylo vytvoření reaktoru z korozivzdorné oceli, který by byl titanem vyvločkován. Řešení by bylo konstrukčně náročné, avšak znamenalo by úsporu.

Nejlepší výsledky ze zmíněných materiálů slibuje chemicky odolný smalt. Návrh čtvrtprovozního reaktoru bude počítat s využitím této povrchové úpravy, základním materiálem bude korozivzdorná ocel. Problém zde spočívá nejen v návrhu konstrukce vhodné ke smaltování, ale také v požadavku poměrně vysokého tlaku. Je důležité zaměřit se na návrh těsnících ploch reaktoru.

3. Návrh laboratorního reaktoru

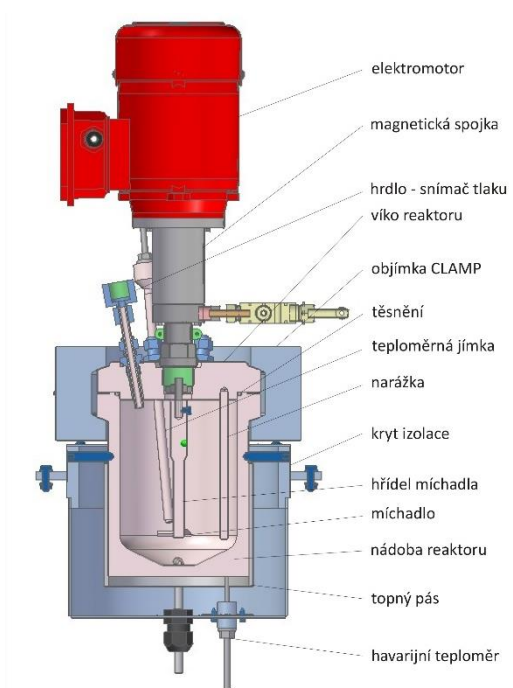
K návrhu laboratorního reaktoru bylo přistupováno s ohledem na výsledky korozních zkoušek, jako konstrukční materiál byl zvolen titan.

Stěžejní pro návrh reaktoru jsou požadované provozní parametry. Mezi nejdůležitější řadíme provozní tlak, teplotu a objem reaktoru [7]:

provozní tlak	40 bar,
provozní teplota	200 °C,
jmenovitý objem	1 l.

Pro malé objemy je výhodnější volit vsádkové reaktory. Jelikož se jedná o experimentální aparaturu, důležitá je přesná kontrola složení vsádky a snadná změna vstupních surovin. Mezi další výhody vsádkových reaktorů patří úplná konverze. Reakce dobíhá až do úplné přeměny reaktantů na produkty, je řízena časem, stupeň přeměny nezávisí na rozložení doby zdržení látek v reaktoru [42].

Pro zákazníka byla důležitá snadnost a rychlost obsluhy reaktoru. Proto byl navržen spoj víka s nádobou reaktoru typu „clamp“ (viz Obr. 8), který manipulaci výrazně zjednodušuje. Snižuje se tím počet šroubů, které je třeba pro otevření (resp. uzavření) reaktoru uvolnit (resp. dotáhnout). Navíc nasazení objímky na příruby typu „clamp“ nádoby a víka je velmi rychlé.



Obrázek 8 - Návrh laboratorního reaktoru

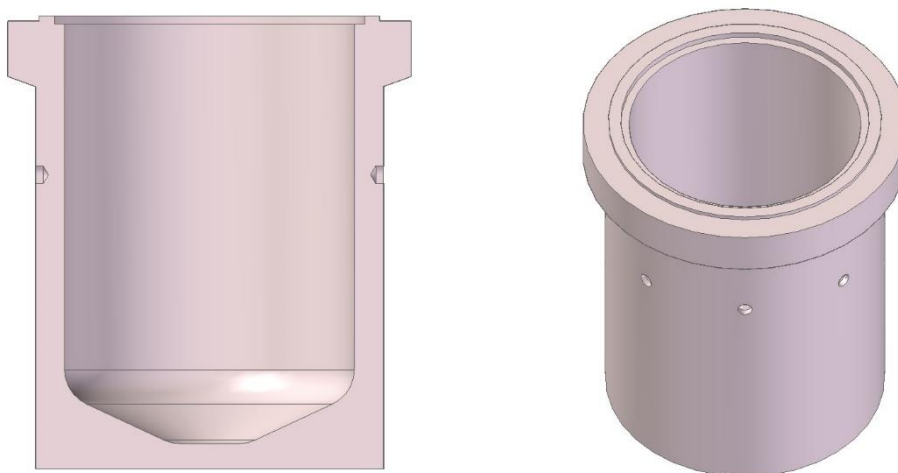
3.1 Nádoba laboratorního reaktoru

Optimální proporce reaktorů vycházejí z poměru průměru nádoby k výšce hladiny 1:1. Pro reaktory s vyšším provozním tlakem je vhodné přiklonit se ke štíhlejším proporcím reaktoru, jeho výška oproti průměru nádoby narůstá [25].

Pro menší reaktory s vyšším provozním tlakem je výhodné přiklonit se k výrobě nádoby bez svařování, obvykle obráběním z výkovku nebo jiného hutního polotovaru. Tímto způsobem dojde k eliminaci problémů, které se svařováním materiálů souvisí: změna struktury a vlastností materiálu v oblasti svarových spojů, vznik vnitřních pnutí, případně deformací. Výhod tohoto postupu bylo využito. Jako polotovar pro výrobu nádoby byla zvolena kruhová tyč.

Nádoba je válcová s kuželovým dnem, přechody jsou zaoblené pro snadnější čištění [16].

Jelikož bylo rozhodnuto o použití spoje typu „clamp“, příruba nádoby byla navržena s patřičným zkosením (viz Obr. 9). Těsnění spoje nádoba – víko zajišťuje opláštěný o-kroužek, drážka pro něj je vytvořena na vnitřním průměru. Takto lze dosáhnout urychlení obrábění a později snadnějšího sestavování aparátu.



Obrázek 9 - Nádoba reaktoru

3.1.1 Výpočet dle EN 13 445

Při návrhu reaktoru je třeba dodržovat evropské předpisy pro stavbu a dimenzování tlakových nádob a jejich částí, mezi které patří směrnice PED (Pressure Directive Equipment) 2014/68/EU a nařízení vlády NV 219/2016 Sb. Pevnostní výpočet nádoby byl proveden dle evropské normy EN 13 445, která je k PED harmonizovaná.

Výpočet dle EN 13 445-3 Netopené tlakové nádoby byl proveden v programu Sant' Ambrogio NextGen 2018. Program má svá omezení, geometrie nádoby neodpovídá zcela přesně návrhu. Avšak pevnostní výpočty jsou provedeny v souladu s návrhovými parametry, pokud se někde nachází rozdíly, vždy se pohybujeme na straně bezpečnosti. V tomto výpočtu nás zajímají zejména tloušťka nádoby, příp. kuželového přechodu (zde rozdíl oproti navrhované geometrii), a tloušťka dna nádoby. Viz Příloha 1.

Návrh příruby nádoby koresponduje s rozhodnutím o použití spoje typu „clamp“. V evropských normách se tento výpočet nevyskytuje, ačkoli někteří autoři usilují o jeho zařazení. Hlavním důvodem je přílišná konzervativnost současných amerických předpisů ASME, dle kterých se tento výpočet v současné době často provádí. Podrobnější představu o této problematice poskytne tento článek [43].

Výpočet příruby byl proveden dle ASME Boiler & Pressure Vessel Code (ASME BPV Code) Section VIII [44]. Viz Příloha 2.

Pro kontrolu je možné porovnat tloušťku příruby, kterou získáme výpočtem dle ASME a tloušťku obruby, kterou získáme výpočtem dle EN 13 445. Dle EN je příruby počítána jako obruba s točivou přírubou, porovnáním zjistíme, že se tloušťky příliš neliší.

3.2 Víko laboratorního reaktoru

Polotovarem pro výrobu víka reaktoru je stejně jako u jeho nádoby kruhová tyč, který je pouze obráběna. Víko je rovné s osazením pro sesazení s nádobou, spoj je těsněn o-kroužkem. Okraj víka tvoří druhou část hlavní příruby, je zkosený pro vytvoření spoje typu „clamp“ (viz Obr. 10).

Navrhovaný laboratorní reaktor je míchaný aparát, míchací zařízení je umístěno centrálně na víku. Takto umístěná míchací zařízení někdy bojují s problémem rotace vsádky uvnitř reaktoru a nízkou mírou jejího promíchávání. Tento problém se vyskytuje zejména u kapalin s nízkou viskozitou [16]. Je proto vhodné zvážit použití narážek.

Jelikož se jedná o menší reaktor, průměr víka nebude příliš velký, a tedy ani prostor, do kterého je třeba umístit míchací zařízení a potřebná hrdla. Jak velká část případně míchacímu zařízení, závisí na tom, jaké ucpávky nebo magnetické spojky jsou v dané kategorii v nabídce. Provedení hrdel však můžeme ovlivnit. Obvykle používaná přírubová hrdla mají poměrně velké prostorové požadavky [13], pro malé reaktory se obvykle téměř nepoužívají. Hrdla typu „clamp“

v tomto směru nabízí významnou úsporu [14], můžeme se s nimi proto setkat o něco častěji. Ovšem nejvýhodnější se jeví použití šroubení typu Superlok s průchozím otvorem [15].



Obrázek 10 - Víko reaktoru

3.2.1 Výpočet dle ASME Section VIII

O úskalích výpočtů dle jednotlivých norem bylo pojednáno již dříve. Proto i zde bylo rozhodnuto o provedení pevnostního výpočtu víka dle americké normy ASME, přírubová část odpovídá spoji typu „clamp“. Viz Příloha 2.

Pro kontrolu je navíc proveden výpočet dle evropské normy EN 13 445, kde je víko počítáno jako rovné víko s rozměry odpovídajícími návrhu. Viz Příloha 1.

3.2.2 Hrdla

Pro volbu provedení jednotlivých hrdel je důležité si se zákazníkem ujasnit, jaké úkony budou s aparátem prováděny. Pro provedení reakce je důležité nejprve dávkovat suroviny do vnitřního prostoru reaktoru. Během syntézy je třeba kontrolovat teplotu a tlak uvnitř reaktoru. Posléze je třeba reaktor vyprázdnit. Tyto základní úkony poskytují představu o nutném počtu hrdel, která je třeba na víko umístit a jejich provedení [45]:

TABULKA HRDEL			
HRDLO	ZÁVIT ŠROUBENÍ	TRUBKA	URČENO PRO
H1	G 1/4"	8x1,5	JEHLOVÝ VENTIL
H2	G 1/4"	8x1,5	VÝTLAČKA S JEHLOVÝM VENTILEM
H3	G 1/4"	8x1,5	REDUKCE, SNÍMAČ TLAKU G1/2"
H4	G 1/4"	8x1,5	TEPLOMĚRNÁ JÍMKA
H5	G 1/4"	-	REZERVA, ZÁTKA

Tabulka 14 - Tabulka hrdel

Hrdlo s označením H1 je určeno pro dávkování vstupních surovin za pomoci jehlového ventilu, hrdlo H2 – výtlačná trubka – umožňuje vyprázdnění reaktoru, opět je opatřeno jehlovým

ventilem. Hrdla H3 a H4 slouží ke kontrole tlaku a teploty uvnitř reaktoru. Páté hrdlo umístěné na víku je zaslepeno a slouží jako rezerva, lze jej následně využít jako kontrolní i pracovní hrdlo.

3.2.3 Narážky

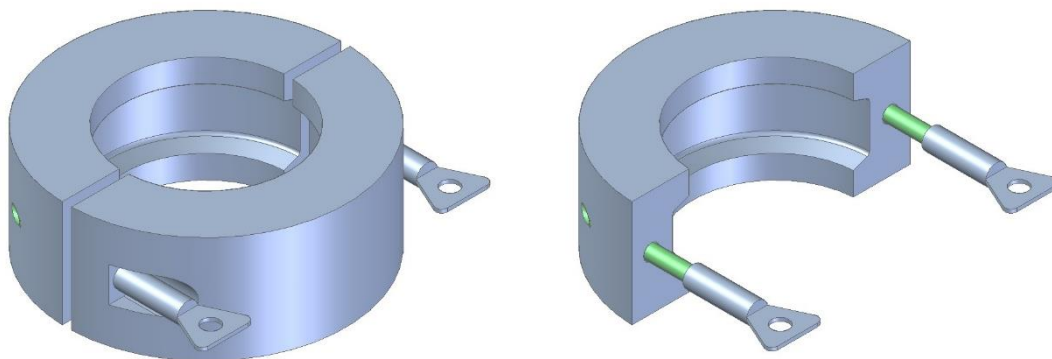
O tom, proč je vhodné zvážit použití narážek, bylo pojednáno výše (viz Kap. 3.2). Vnitřní prostor aparátu je stísněný, přivaření klasických narážek by bylo obtížné. Je tedy třeba najít jiné řešení.

Ve vnitřním prostoru aparátu se již nachází dvě vestavby, jejichž vlivu na promíchávání vsádky by se dalo využít. Jedná se o teploměrnou jímku a výtlačnou trubku. Dvě vestavby však nestačí, proto byla do návrhu přidána třetí, kruhová tyč nahrazující standardní narážku. Tato tyč bude vešroubována do víka reaktoru.

3.3 Objímka CLAMP

Objímku tvoří dvě zrcadlově obrácené části spojené dvěma atypickými šrouby (viz Obr. 11). Vnitřní drážka objímky je zkosená pod stejným úhlem jako hlavní příruba. Přechody jsou zaoblené pro snížení vrubových účinků.

Objímka nepřichází do přímého styku se vsádkou, korozní účinky na ni jsou jen nepatrné. Použití titanu i na tuto část reaktoru ztrácí své opodstatnění, vysoké náklady na výrobu zdaleka převyšují výhody korozní odolnosti. Proto je objímka navržena z korozivzdorné oceli 1.4301.



Obrázek 11 - Objímka CLAMP

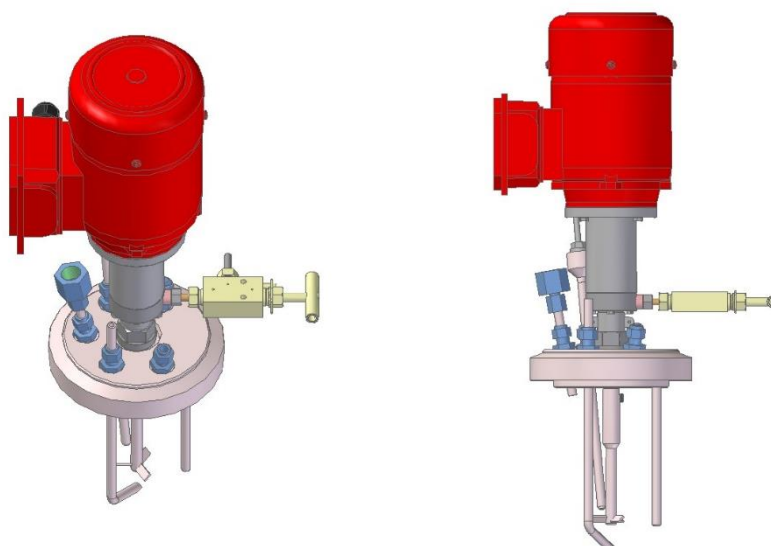
3.3.1 Výpočet dle ASME Section VIII

Výpočet objímky typu „clamp“ v evropských normách nefiguruje vůbec, byl proto proveden pouze dle amerických značně konzervativních norem ASME BPV Code, Section VIII. Viz Příloha 2. Dimenzování atypických šroubů pro utažení objímky je součástí tohoto výpočtu.

3.4 Míchací zařízení

Pro malá experimentální zařízení, ve kterých se chceme vyhnout kontaminaci vsádky jakýmkoli provozními kapalinami, je vhodné volit míchací zařízení s magnetickou spojkou. Nevýhodou jejího použití jsou nízké přenášené kroučící momenty [17].

Takováto konfigurace míchacího zařízení sestává z pohonu, magnetické spojky, hřídele a míchadla (viz Obr. 12).



Obrázek 12 - Sestava víka reaktoru

3.4.1 Magnetická spojka a pohon

Požadavek specifického materiálového provedení – titanová magnetická spojka – výrazně zúžil výběr, na trhu není příliš široká nabídka. Jednou z firem, která má takovéto spojky ve své produktové řadě, je švýcarská firma Premex Reactor AG. V oblasti magnetických spojek se specializují na použití pro vysokotlaké reaktory a speciální materiálová provedení, řada jejich spojek přenáší vyšší kroučící momenty, než je běžně obvyklé, a je možno objednat spojku přímo v sestavě s motorem [46].

Toho bylo při návrhu využito, vybrána byla spojka s motorem s označením funrun PRE1999 [47], připojení k víku zajišťuje závit M30 x 2, těsnění spoje pak o-kroužek z Vitonu s FEP opláštěním. Motor, který je s touto spojkou dodáván, je třífázový asynchronní motor, nejčastěji používaný pohon pro míchací zařízení. Řízení má na starosti frekvenční měnič.

3.4.2 Hřídel

Existuje několik postupů výpočtu zatížení míchadla a jeho dimenzování [48]. Každý z těchto postupů vyžaduje různé podklady – různé materiálové vlastnosti. Postup dle VÚCHZ je poměrně konzervativní, ovšem požadované vlastnosti titanu, které do výpočtu vstupují, je snadné dohledat. Ostatní výpočty pracují buď s méně snadno dostupnými materiálovými vlastnostmi (Chemineer), jejichž dohledání však nepředstavuje problém u nejčastěji používaných ocelí, nebo s experimentálně stanovenými kritérii (EKATO).

Postup VÚCHZ vychází z instalovaného příkonu elektromotoru. Nejprve stanovíme ze štítkových parametrů motoru

M_{km} kroučící moment motoru [Nm]:

$$M_{km} = \frac{P_m}{2 \cdot \pi \cdot n} \quad (1),$$

kde

P_m je štítkový výkon motoru [W],

n jsou otáčky hřídele míchadla [$ot \cdot s^{-1}$].

Dále určíme

M_k kroučící moment na hřídeli [Nm]:

$$M_k = k_i \cdot M_{km} \quad (2),$$

kde

k_i je koeficient druhu provozního zatížení [–].

Rozlišujeme dva druhy provozního zatížení:

- 1) Lehký provoz – pomaluběžná míchadla s větší mezerou mezi stěnou nádoby a míchadlem, bez přítomnosti pevné fáze,

$$k_1 = 1,8.$$

- 2) Těžký provoz – rychloběžná míchadla s větším příkonem, pomaluběžná míchadla s malou mezerou mezi stěnou nádoby a míchadlem, míchání za přítomnosti pevné fáze,

$$k_2 = 2,8.$$

Pokračujeme stanovením přídatné ohybové síly, která působí na lopatku míchadla:

$$F = \frac{2 \cdot 4 \cdot M_k}{3 \cdot d} \quad (3),$$

kde

F je přídatná ohybová síla [N],

d je průměr míchadla [m].

Dále učíme ohybový moment, který na hřídel prostřednictvím výše určené síly působí:

$$M_o = F \cdot l_1 \quad (4),$$

kde

M_o je ohybový moment [Nm],

l_1 je vyložení míchadla [m].

Jedná se o kombinované namáhání hřídele, je třeba určit

M_{red} redukovaný moment [Nm]:

$$M_{red} = \sqrt{M_o^2 + \frac{3}{4} M_{k \max}^2} \quad (5),$$

A následně již lze určit průměr hřídele ze vztahu:

$$d_0 = \sqrt[3]{\frac{32}{\pi} \cdot \frac{M_{red}}{\sigma_{kt}}} \quad (6),$$

kde

σ_{kt} je mez kluzu v tahu [Pa].

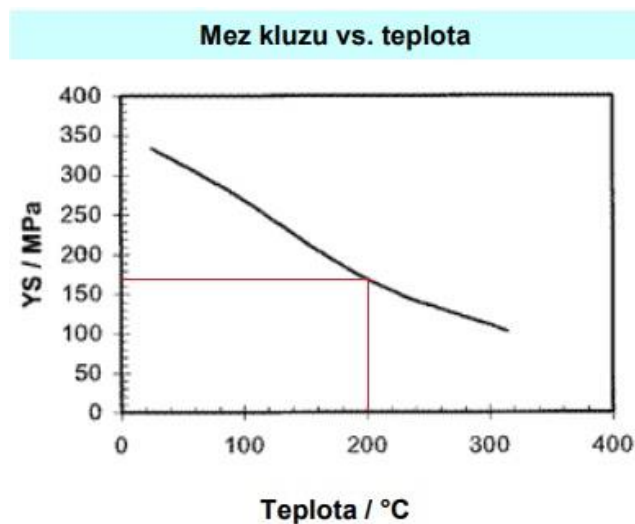
Jelikož dodavatel sestavy magnetické spojky s motorem v dokumentaci (viz Obr. 13) uvádí přímo krouticí moment motoru, výpočet se lehce zjednodušuje. Krouticí moment PRE1999 je 90 Ncm.



Obrázek 13 - Štítek motoru PRE1999

Z návrhového výkresu míchadla bylo odečteno vyložení $l_1 = 135 \text{ mm}$.

Z následujícího grafu na obrázku č. 14 [36] byla odečtena mez kluzu v tahu $\sigma_{kt} = 170 \text{ MPa}$ pro teplotu $200 \text{ }^\circ\text{C}$.



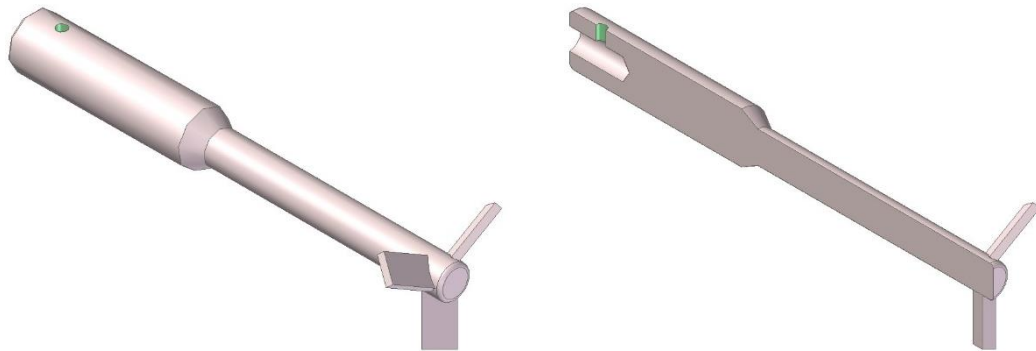
Obrázek 14 - Závislost meze kluzu titanu na teplotě

Tyto údaje byly použity pro návrhový výpočet hřídele míchadla (viz Příloha 3). Pro lehký provoz vychází návrhový průměr hřídele $d_{01} = 9,57 \text{ mm}$, pro těžký provoz potom $d_{02} = 11,08 \text{ mm}$. Jedná se o míchání rychloběžným třílopatkovým míchadlem, ovšem příkon motoru není velký, v řídicím systému je zavedena elektrická ochrana. Nepředpokládá se vznik pevné

fáze. Proto by bylo možné volit průměr hřídele dle návrhového průměru pro lehký provoz. Navíc se jedná o konzervativní výpočet stojící na straně bezpečnosti.

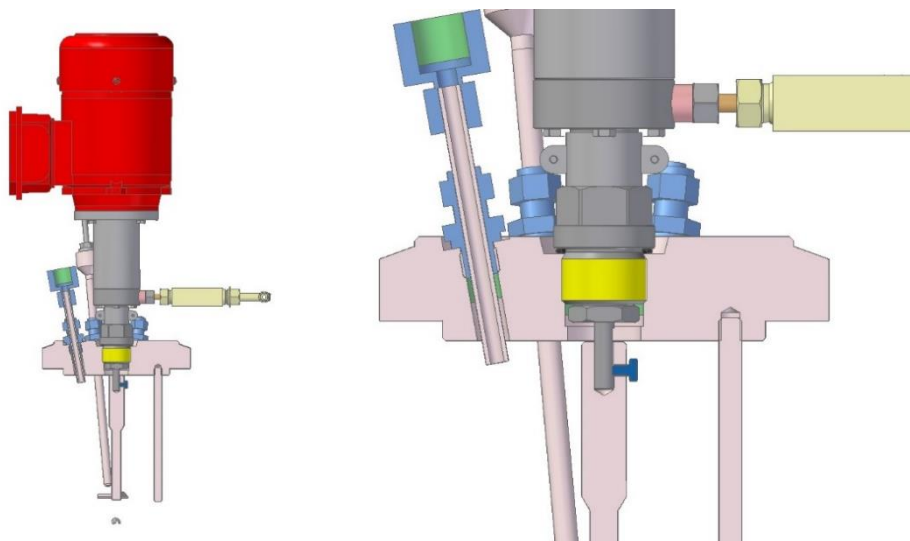
3.4.3 Míchadlo

Navrženo je třílopatkové míchadlo (viz Obr. 15) se sklonem lopatek pod úhlem 45°. Návrh byl proveden dle oborové normy CVS 69 1025 [49].



Obrázek 15 - Třílopatkové míchadlo

Provedení spoje s magnetickou spojkou a motorem je dáno geometrií hřídele spojky. Hřídel spojky má průměr 7 mm a z jedné části byla vyfrézována. Hřídel míchadla byla ve své vrchní části navržena s větším průměrem pro vhodné spojení s hřídelí magnetické spojky a spojení zajišťuje šroub M4 (viz Obr. 16), který zabraňuje posunutí a pootočení hřídele míchadla.



Obrázek 16 - Spoj hřídele magnetické spojky a míchadla

Do budoucna se počítá s případným návrhem a dodávkou jiných výměnných míchadel, dle potřeby obsluhy aparátu.

3.5 Temperace laboratorního reaktoru

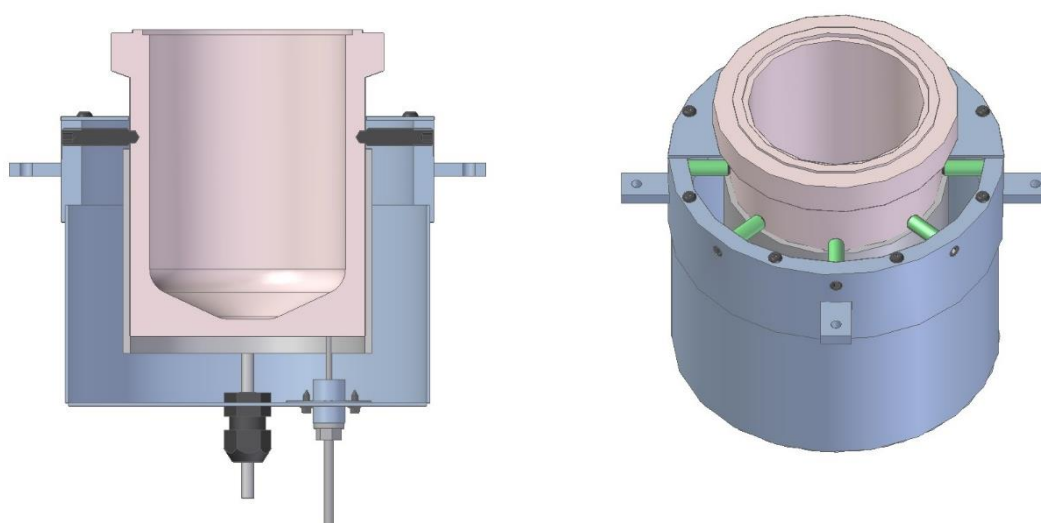
Pro správné provedení předpokládaných syntéz je třeba reaktor ohřívat, návrhová teplota dosahuje 200 °C. Aplikace nejčastěji užívaného způsobu temperace reaktoru – duplikátorového pláště – zde naráží na jeden zásadní problém. Tím je materiál nádoby reaktoru.

Užití titanu pro návrh duplikátorového pláště je zbytečné a nákladné. Návrh duplikátorového pláště z korozi vzdorné oceli však také nepřipadá v úvahu. Svařovat korozi vzdornou ocel s titanem není možné.

Osvědčenou náhradní variantou je elektrický ohřev za pomoci topných pásů. Širokou nabídku na poli elektrického ohřevu v průmyslu má italská firma Masterwatt. V databázi jejich produktů jsou také topné pásy MIKA [50], které jsou v první řadě určeny pro ohřev plastů, avšak lze je použít i pro jakékoli jiné aplikace, pokud maximální provozní teplota nepřesáhne 280 °C. Pásy jsou vyráběny na míru, stačí specifikovat průměr nádoby, na kterou bude pás montován, a požadovanou šířku pásu.

Výhodou topných pásů je optimální vedení tepla a především jeho rozložení, které je po celém průměru nádoby i po celé šířce pásu stejné.

Aby nedošlo ke zranění obsluhy, je třeba topný pás zaizolovat. Jak už bylo zmíněno, nelze svařovat materiál nádoby titan s korozi vzdornou ocelí, proto bylo navrženo spojení nádoby reaktoru s krytem izolace pomocí stavěcích šroubů s vnitřním šestihranem ISO 4028 (viz Obr. 17).



Obrázek 17 - Sestava nádoby reaktoru

3.6 Měření a regulace

Laboratorní reaktor je ohříván na teplotu 200 °C a nejvyšší provozní tlak dosahuje až 40 bar. Tyto dva provozní parametry je třeba měřit.

Měření teploty zajišťuje snímač teploty umístěný v teploměrné jímce v jednom z hrdel na víku. Zvolen byl teploměr od ověřeného dodavatele GHM – Greisinger. Typ GTF 102 o délce 250 mm [51] přesně vyhovuje provozním podmínkám.

Stejný typ snímače o délce 100 mm je umístěn také v drážce pod topným pásem. Pracuje jako havarijní snímač teploty (viz Příloha 5), kontroluje teplotu na rozhraní mezi topným pásem a nádobou. Při provozu reaktoru a jeho ohřevu dojde k ohřátí topného pásu na stanovenou mez a následně ohřátí nádoby. Z praxe ovšem víme, že bude existovat určité zpoždění mezi ohřátím nádoby a ohřátím vsádky reaktoru. Měříme-li pouze teplotu uvnitř reaktoru, řízení reaguje na dosažení této vnitřní teploty a dle toho ovládá funkci topného pásu. V takovém případě by došlo k následnému přehřátí vsádky a překročení provozní teploty uvnitř reaktoru, což není žádoucí.

Měření tlaku zajišťuje snímač tlaku Rosemount® 2088 [52]. Snímač tlaku je připojen přes závit G 1/2" DIN 16 288, proto je třeba na hrdlo určené pro připojení snímače tlaku namontovat redukci z G 1/4" na G 1/2".

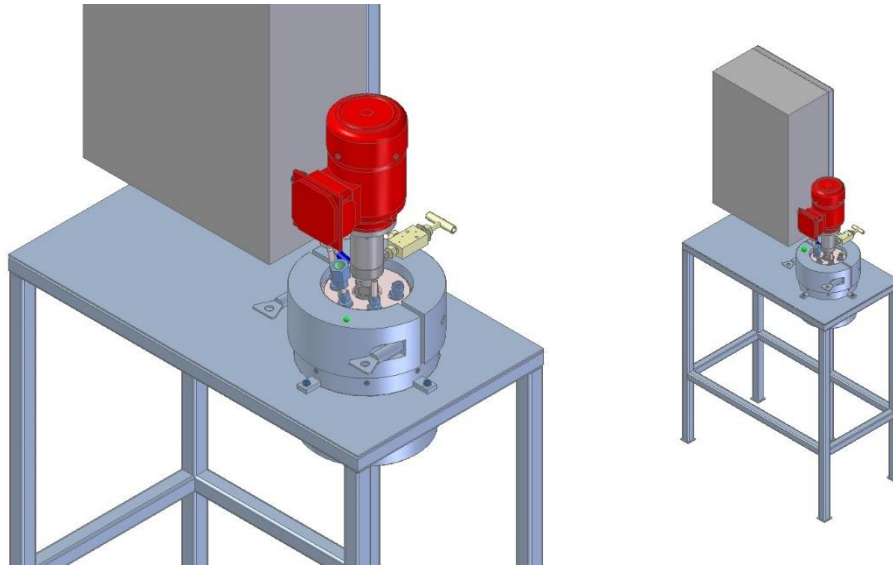
Řízení jednotlivých procesů a regulaci veličin má na starosti řídicí systém reaktoru umístěný v rozvaděči. Vstupními parametry jsou teplota uvnitř reaktoru, teplota měřená havarijním snímačem teploty, tlak uvnitř reaktoru. Řízení otáček hřídele s míchadlem má na starosti frekvenční měnič.

3.7 Rám

Obsluha reaktoru musí být snadná. Při návrhu reaktoru bylo tomuto požadavku věnováno maximální úsilí. V návaznosti na jeho podobu byl navržen vhodný rám pro laboratorní reaktor. Jedná se o jednoduchou konstrukci z korozivzdorné oceli, na které je umístěn poměrně rozměrný rozvaděč, ale také samotný laboratorní reaktor.

Návrh rámu vychází z ergonomických požadavků pro práci a manipulaci s aparátem vstoje. Víku laboratorního reaktoru se nachází ve vhodné výšce, ovládání laboratorního reaktoru a všech jeho ventilů je v dosahové vzdálenosti průměrně vzrostlého člověka.

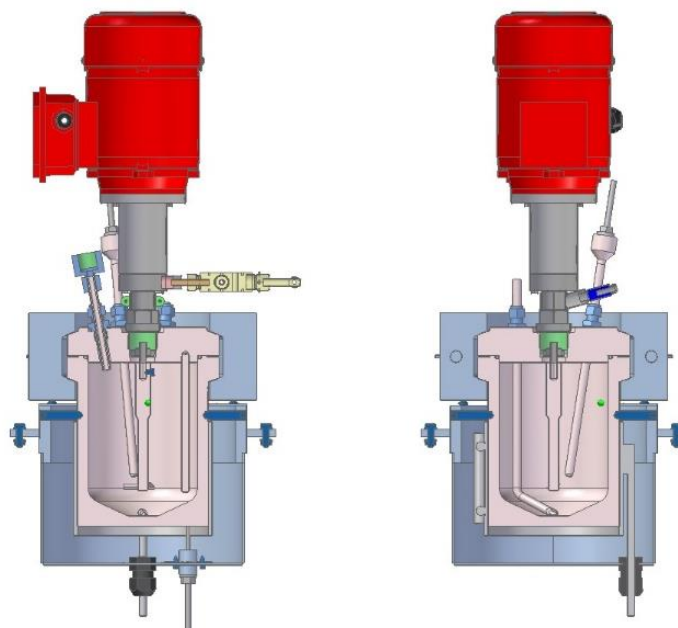
Reaktor je upevněn na desce z korozivzdorné oceli (viz Obr. 18), která slouží také jako pracovní plocha, na kterou je možné odkládat jakékoli nástroje potřebné k manipulaci s reaktorem, ale také laboratorní vybavení.



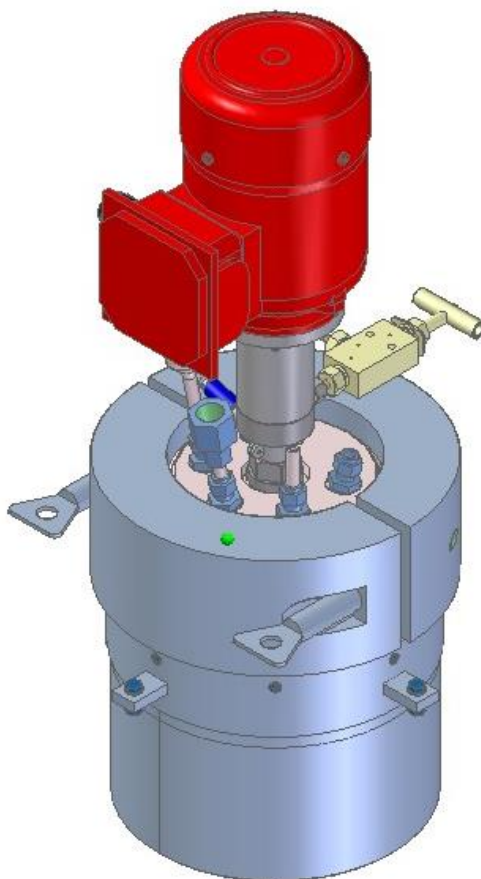
Obrázek 18 - Laboratorní reaktor - umístění na rámu

3.8 Výkresy

Sestavný výkres laboratorního reaktoru o pracovním objemu 1L je zařazen jako Příloha 4. Dává představu o spojení mezi jednotlivými navrhovanými částmi reaktoru a jejich dimenzování v rámci celé sestavy (viz Obr. 19 a 20). Obsahuje taktéž odkazy na jednotlivé výkresy podsestav a výrobní výkresy základních součástí, pokud se nejedná o kupované nebo normované díly.



Obrázek 19 - Sestava laboratorního reaktoru



Obrázek 20- Laboratorní reaktor, model

4. Provozní zkoušky laboratorního reaktoru

Na základě výkresů byl laboratorní reaktor vyroben a sestaven. Než se však dostal do provozu, bylo třeba sestavit dokumentaci a provést provozní zkoušky.

4.1 Dokumentace

Povinností provozovatele tlakové nádoby je mít ve svém vlastnictví dokumentaci k tlakové nádobě, např. ve formě revizní knihy. Dokumentace může být součástí dodávky od výrobce nádoby nebo ji provozovatel může sestavit sám na základě podkladů od výrobce.

Součástí takové dokumentace je:

	Název dokladu
1	Prohlášení o shodě
2	Pasport nádoby – všeobecné údaje
3	Technická charakteristika
4	Údaje o pojistných ventilech
5	Údaje o základní armatuře
6	Údaje o přístrojích
7	Přehled použitého materiálu
8	Seznam svářečů
9	Štítek
10	Stavební a tlaková zkouška
11	Údaje o provozních zkouškách
12	Sestavné výkresy

Tabulka 15 - Dokumentace k tlakové nádobě

4.1.1 Kategorie nádoby

Součástí procesu sestavování dokumentace je určení kategorie nádoby dle NV 219/2016 Sb. K tomu se používají grafy posuzování shody.

Klasifikace tlakových zařízení probíhá dle:

- 1) nejvyššího dovoleného tlaku,
- 2) dle pracovního objemu,
- 3) dle skupiny tekutin, které se uvnitř zařízení vyskytují.

Důležitý je součet pracovního tlaku a objemu nádoby $P \cdot V$, s jehož hodnotou pracujeme při odečítání kategorie nádoby z grafů pro jednotlivé skupiny tekutin.

Kategorie nádoby určí, kdo provádí tlakovou zkoušku, zda revizní technik (kat. I), nebo oznámený subjekt (kat. II – IV). V důsledku to také určí podobu štítku nádoby, která může být označena pouze značkou shody (CE, kat. I), nebo značkou shody s číslem oznámeného subjektu (kat. II – IV).

4.1.2 Přehled použitého materiálu

Při stavební a tlakové zkoušce probíhá kontrola použitého materiálu a jeho označení. To se provádí na základě tavby materiálu, která je uvedena v materiálovém atestu příslušného materiálu. Atesty jednotlivých materiálů jsou k přehledu použitého materiálu přiloženy.

Atesty (nebo tzv. dokumenty kontroly materiálu) jsou doklady, které potvrzují jakost materiálu, jeho složení a vlastnosti. Ty části tlakového zařízení, které pracují pod tlakem, musí takovým dokladem být opatřeny.

4.2 Stavební a tlaková zkouška

Stavební zkoušku provádí osoba s příslušným oprávněním – revizní technik skupiny Z. Zkontroluje dokumentaci aparátu – sestavné výkresy, výkresy rozmístění svarů, apod. Dále zkontroluje kvalifikaci svářečů a svařovací postupy.

Podle sestavného výkresu zkontroluje stavební rozměry tlakového zařízení, poté zkontroluje označení jednotlivých komponent tlakového zařízení jakostí a tavbou materiálu, zkontroluje předložené atesty použitých materiálů, zkontroluje úplnost tlakového zařízení a jeho připravenost na tlakovou zkoušku.

Zkontroluje provedené nedestruktivní testy – rentgeny, ultrazvuky, kapilární zkoušky. Provede vizuální kontrolu tlakového zařízení, zaměří se na sváry a na případné deformace vzniklé neodbornou manipulací (různé vrypy, změny tvaru apod.).

Tlakovou zkoušku provede natlakováním zařízení na předepsaný zkušební tlak. Zkušební tlak je kontrolován na zkušebním manometru a kontrolním manometru. Dosažení předepsaného zkušebního tlaku se děje postupně – tlakováním např. na 25 %, na 50 % a 75 % předepsaného zkušebního tlaku vždy s výdrží, teprve poté je dosaženo zkušebního tlaku. Zkušební tlak musí na tlakovém zařízení opět vydržet nějakou dobu, zpravidla 10 – 30 min.

Jako zkušební tekutina se přednostně volí voda, protože je nestlačitelná a není zdraví škodlivá.

Po úspěšném provedení tlakové zkoušky je tlakové zařízení opatřeno výrobním štítkem a značkou shody. Pro tlaková zařízení kategorie vyšší než I je značka shody doplněna číslem oznámeného subjektu, který musí být tlakové zkoušce osobně přítomen.

O provedených zkouškách vyhotoví revizní technik, příp. oznámený subjekt (v závislosti na kategorii nádoby) písemný protokol, svým podpisem stvrzuje schválení postupu a svou osobní přítomnost při provádění zkoušek. Vše dle NV 219/2016 Sb. – Nařízení o posuzování shody tlakových zařízení při jejich dodávání na trh.

4.3 Uvádění do provozu

Tlakové zařízení je dopraveno na místo a je instalováno. Instalace spočívá v ukotvení zařízení, připojení na potrubí a provedení tzv. výchozí revize.

Kontroluje se, zda je zařízení správně vystrojeno pro bezpečný provoz, zda je vystrojeno tlakoměry, teploměry, stavoznaky, pojistnými zařízeními, zda jsou všechny armatury dobře přístupné, zda je pojistný ventil správně zapojený. Vývod pojistného ventilu musí vést do místa, kde neohrozí obsluhu, to znamená mimo budovu nebo k zemi. Potrubí od pojistného ventilu má být co nejkratší, s minimem kolen a bez zádrží.

Provádí se identifikace nádoby, ověří se, že má výrobní štítek, jestli je dobře čitelný, jestli je tlakové zařízení připojené na potrubní rozvody podle projektu, jestli je na všech spojích plný počet šroubů a jestli jsou správně dlouhé. Šrouby mají být tak dlouhé, aby zůstaly volné $2 \div 3$ závity nebo 5 mm délky dřívku.

Tlakové zařízení je připojeno na zdroj tlaku a provede se zkouška těsnosti – pouze na nejvyšší provozní tlak.

Revizní technik s příslušným oprávněním (R) poté zkontroluje, zda je obsluha vyškolená v provozování tlakových zařízení a zda má k dispozici potřebnou dokumentaci, tj. pasport a návod na obsluhu. Pokud je vše v pořádku, může začít provozovat tlakové zařízení.

Do dvou týdnů od uvedení do provozu musí být provedena tzv. 1. provozní revize. Provozní revize sestává z identifikace výrobního štítku se zařízením, zhodnocení celkového stavu zařízení, včetně veškeré výstroje a armatur, prověření stavu výstroje, ověření, zda provozní parametry zařízení nejsou překračovány, a zhodnocení celkového stavu pracoviště.



Obrázek 21 - Laboratorní reaktor 1L

5. Návrh čtvrtprovozního reaktoru

Při návrhu reaktoru pro větší objem výroby se vychází z laboratorních podmínek. Teoretický ideální postup by navázal na laboratorní reaktor výrobou reaktoru o malém objemu, který by však byl dostačující pro měření reakční kinetiky. Takový reaktor by byl předobrazem reaktoru čtvrt- nebo poloprovozního. Byl by geometricky podobný budoucímu reaktoru, aby bylo možné průběh reakce v malém měřítku ověřit a případné nevhodné části konstrukce reaktoru následně upravit nebo nahradit.

Ne vždy je možné postupovat dle teorie. V praxi do postupu návrhu reaktoru vstupuje celá řada dalších hledisek, zejména ekonomické. Je třeba zvážit přínos výroby malého reaktoru vůči nákladům na jeho výrobu. Pokud zákazník zvolí variantu, ve které se přikročí přímo k návrhu čtvrtprovozního reaktoru, je třeba vycházet alespoň z dat, která získáme z provozu reaktoru laboratorního.

5.1 „Scale-up“ reaktoru

Existuje několik přístupů k postupu zvětšování, neboli tzv. „scale-up“ postupu. Velká většina z nich se zakládá na geometrické podobnosti, tyto postupy však budou ponechány stranou. Zákazník požádal o použití hydrogenačního míchadla pro reaktor o větší velikosti, což dle jeho názoru povede ke zlepšení výtěžnosti. Dalším důvodem je změna materiálového provedení aparátu, nebude se jednat o titanovou nádobu, ta by si vyžádala vysoké výrobní náklady, titan (nebo titanová vložka, která byla taktéž uvažovanou variantou) bude nahrazen nádobou z konstrukční oceli se smaltovaným povrchem. Všechna tato rozhodnutí bohužel vedou k porušení geometrické podobnosti mezi laboratorním reaktorem a reaktorem čtvrtprovozním.

Je však i pár „scale-up“ postupů, které nepožadují striktní podobnost aparátů. Dle [53] se jedná o sérii kroků, které vedou od reaktoru malého objemu přes reaktor geometricky podobný o větším objemu až k reaktoru, který vyhovuje daným požadavkům. Je důležité postupovat krok za krokem, každou změnu geometrie provádět separátně, aby bylo jasné, jaký bude mít vliv na proces míchání a průběh reakce.

Předpokladem k provedení této série kroků jsou „scale-up“ kritéria, která nevyžadují geometrickou podobnost. Jedním z nich je kritérium měrného příkonu (P/V), druhým kritérium měrného krouticího momentu (M_K/V) [12]. Kritérium měrného krouticího momentu se obvykle užívá pouze, pokud je třeba zachovat rychlost proudění v oblasti kolem míchadla stejné jako u

laboratorního zařízení. Pokud je důležitá především chemická reakce, která má v reaktoru proběhnout, častěji se sáhne ke kritériu konstantního měrného příkonu [53].

5.1.1 Kritérium měrného příkonu

Kritérium konstantního měrného příkonu o něco prodlouží reakční dobu. Vzhledem k tomu, že průběh reakce v malém objemu laboratorního reaktoru je velice rychlý, bývá velmi obtížné reakční dobu zachovat. Obvykle to znamená zachování obvodové rychlosti míchadla, což vede ke zbytečně vysokým požadavkům na výkon motoru [12]. Toto řešení není žádoucí, užití kritéria $(P/V) = konst.$ je výhodnější.

Prvním krokem pro „scale-up“ při zachování kritéria (P/V) je návrh geometricky podobného reaktoru o větším objemu, k čemuž poslouží následující vztah [53]:

$$n_2 = n_1 \cdot \left(\frac{D_1}{D_2}\right)^{\frac{2}{3}} \quad (7),$$

kde

n_i jsou otáčky míchadla reaktoru [$ot \cdot s^{-1}$],

D_i je průměr míchadla reaktoru [m].

5.1.2 Změna geometrie

Jakmile provedeme „scale-up“ s geometrickou podobností obou reaktorů, navážeme změnami geometrie jednotlivých částí. Postup bude následující:

- 1) geometrický „scale-up“ dle průměru nádob,
- 2) změna objemu na požadovaných 100 L (docílíme změnou výšky hladiny),
- 3) změna geometrie dna nádoby,
- 4) a) změna typu míchadla,
b) změna průměru míchadla,
- 5) úprava parametrů pro udržení $(P/V) = konst.$

V následující tabulce můžeme porovnat parametry získané pro geometrický „scale-up“ a parametry po provedení změn v geometrii některých částí aparátu (parametry jsou ilustrační, jako modelová kapalina použita voda).

		jednotky	laboratorní reaktor	geometrický „scale-up“	čtvrtprovozní reaktor
průměr nádoby	D	mm	115	488	488
výška hladiny	H	mm	115,30	489,26	586,67
pracovní objem	V	L	1,00	76,70	100,00
viskozita	μ	Pa·s	0,001	0,001	0,001
hustota	ρ	kg·m ⁻³	997	997	997
otáčky	n	ot·s ⁻¹	23,17	8,83	14,56
typ míchadla		-	třílopatkové	třílopatkové	hydrofoil
příkonové číslo	P_o	-	1,1	1,1	0,6
průměr míchadla	d	mm	40	170	150
poměr d/D	d/D	-	0,35	0,35	0,31
šířka lopatky	w	mm	8	34	80
poměr w/d	w/d	-	0,2	0,2	0,5
výška nad dnem	h	mm	27,5	116,7	88,2
Reynoldsovo číslo	Re	-	36 955	254 421	326 617
výkon na míchadle	P	W	1,40	107,20	140,21
kritérium P/V	P/V	W·L ⁻¹	1,40	1,40	1,40
kroucí moment	M_k	N·m	0,010	1,932	1,533
obvodová rychlost	v_t	m·s ⁻¹	2,91	4,72	6,86
výkon motoru	P_m	kW	0,18	0,18	0,75

Tabulka 16 – „Scale-up“ reaktoru

Výpočet Reynoldsova čísla [12]:

$$Re = \frac{\rho \cdot n \cdot d^2}{\mu} \quad (8).$$

Pro potřeby výpočtu je třeba znát příkonová čísla použitých míchadel. Pro třílopatkové míchadlo se sklonem lopatek 45° při $Re = 36\,955$ je $P_o = 1,1$. Pro hydrofoil použitý na čtvrtprovozním reaktoru uvádí [12] rozsah hodnot $P_o = 0,55 \div 0,73$.

Vztah pro výpočet výkonu na míchadle [16]:

$$P = P_o \cdot \rho \cdot n^3 \cdot d^5 \quad (9)$$

a vztah pro výpočet kroucího momentu na hřídeli [16]:

$$M_k = \frac{P}{2 \cdot \pi \cdot n} \quad (10).$$

Dalším parametrem popisujícím proces míchání je rychlost na obvodu míchadla:

$$v_t = \pi \cdot n \cdot d \quad (11).$$

„Scale-up“ postup byl následující: nejprve byly výpočty provedeny pro laboratorní reaktor. Pro dané otáčky bylo spočítané Reynoldsovo číslo, odečteno příkonové číslo míchadla, vypočten příkon na míchadle a měrný příkon (P/V). Byl spočítán krouticí moment a rychlost v_t .

Následně byl proveden „scale-up“ na základě geometrické podobnosti a dopočítány veškeré potřebné parametry.

Poté byly jedna po druhé provedeny změny geometrie jednotlivých součástí. Výpočet probíhal poněkud odlišně. Byl znám měrná příkon, který byl udržen konstantní. Za pomoci známého objemu byl dopočítán výkon na hřídeli míchadla. Literatura uvádí rozsah příkonových čísel hydrofoílů, P_o bylo zvoleno v tomto rozsahu. Ze vztahu (9) byly vypočítány otáčky míchadla a následně ostatní parametry.

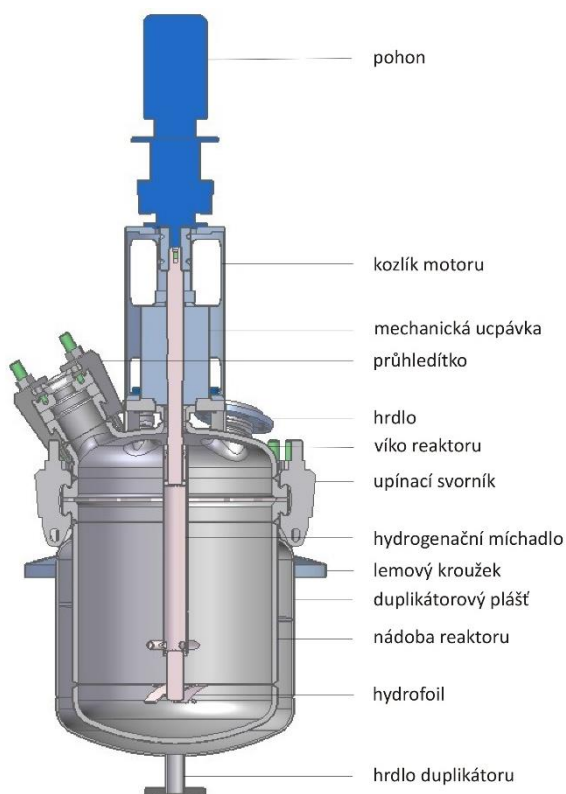
5.2 Materiálové provedení

Výhody návrhu čtvrtprovozního reaktoru z oceli s následnou povrchovou úpravou smaltem již byly diskutovány. Povrch smaltovaných nádob nabízí vysokou korozní odolnost širokému spektru chemických látek, ale také čistitelnost tohoto povrchu je více než příznivá.

Obvyklá aplikace této povrchové úpravy se však provádí u aparátů s nižším provozním tlakem. Není mnoho evropských firem, které by takovouto povrchovou úpravu s požadovanými vlastnostmi nabízelo, mezi ně se řadí např. 3V Tech [54].

Oprostíme-li se od drobných rozdílů zapříčiněných různým složením smaltovací směsi (frity), proces výroby probíhá následovně. Na povrch, který chceme opatřit smaltem, je nanesena disperze skleněného prachu, ten je poté zahříván, dokud nedojde k jeho natavení a vytvoření souvislé základní vrstvy smaltu. Na základní vrstvu je naneseno několik krycích vrstev, dokud nevznikne vrstva o požadovaných vlastnostech. Využití smaltovaných nádob je obzvlášť výhodné tam, kde se předpokládá provedení rozličných reakcí v jednom reaktoru se vsádkovým režimem výroby [16].

Pro vytvoření jednolitého kvalitního smaltovaného povrchu je třeba přizpůsobit návrh geometrie částí, na které chceme smalt nanést. Přechody geometricky různých ploch je třeba vhodně zaoblit, požadavky na geometrii jsou dány technologií výroby smaltovaného povrchu. Na následujícím obrázku je znázorněn návrh čtvrtprovozního reaktoru, všem těmto požadavkům byla věnována pečlivá pozornost.



Obrázek 22 - Konstrukce čtvrtprovozního reaktoru

5.3 Nádoba čtvrtprovozního reaktoru

Firma 3V Tech má ve své nabídce nejen služby z oblasti povrchových úprav, ale nabízí i dodávku standardizovaných smaltovaných zařízení, mezi nimi i reaktorů. S požadavkem na provozní objem reaktoru, pracovní teplotu a tlak, byla z nabídky vybrána smaltovaná nádoba o vnitřním průměru 488 mm s přírubou vhodnou pro spojení s víkem reaktoru za pomoci upínacích svorníků, opatřená duplikátorovým pláštěm pro ohřev.

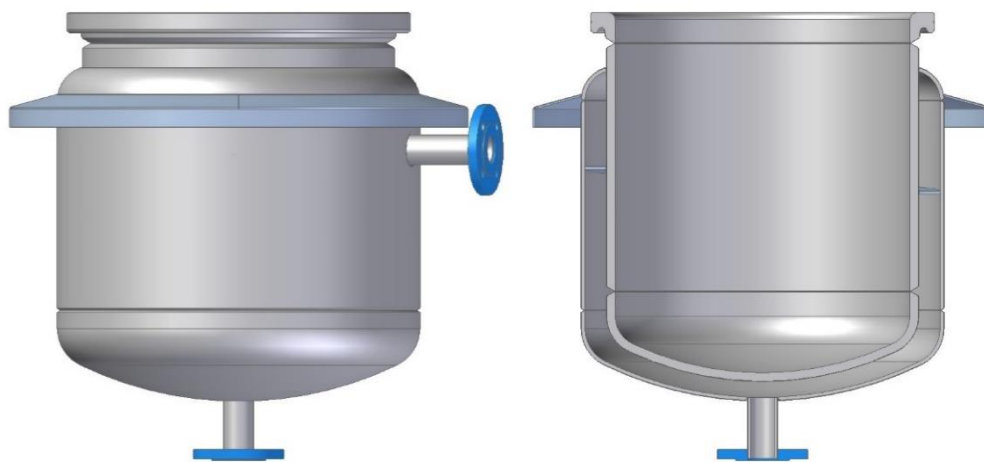
Jelikož takováto vhodná nádoba v nabídce již je a geometrie případně navrhované nové nádoby by nebyla výrazně odlišná, bylo rozhodnuto o jejím zakoupení.

Z důvodu návrhu dalších částí aparátu a jejich spojení s nádobou byl však vytvořen 3D model (viz Obr. 23), což usnadnilo návrh dalších částí a spojů s nimi.

5.3.1 Temperace reaktoru

Nádoba reaktoru je ohřívána pomocí duplikátorového pláště. Aby bylo dosaženo rovnoměrného ohřevu nádoby a zabránilo se zkratkovitému toku teplosměnného média, je

duplikátorový plášť opatřen usměrňovací spirálou (usměrňovací spirála není pro další návrh důležitá, její použití je v modelu pouze naznačeno).



Obrázek 23 - Nádoba čtvrtprovozního reaktoru

Protože se nejedná o vlastní návrh, proto nebyl proveden výpočet, který by se věnoval ohřevu nádoby a jejího obsahu.

Pro potřeby výpočtu je třeba znát některé parametry látek, které jsou ve vnitřním prostoru nádoby mícháány a ohřívány. Mezi tyto parametry patří např. součinitel přestupu tepla $\alpha [W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}]$, součinitel tepelné vodivosti $\lambda [W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}]$ nebo viskozita $\mu [Pa \cdot s]$ vsádky. Jelikož není prozatím známo, jaká ověřovací výroba bude ve čtvrtprovozním reaktoru probíhat, není možné spolehlivě výpočet provést.

Pro budoucí potřeby ověření vhodnosti duplikátorového pláště pro ohřev obsahu nádoby [8] a [20] poskytují přehledný postup výpočtu.

5.3.2 Lem

Součástí běžně dodávané nádoby tohoto typu nebyly prvky spojení reaktoru s konstrukcí rámu, jedinou alternativou bylo použití tří kusů patek, které však budoucímu umístění reaktoru nevyhovovaly. Na žádost byl na nádobu reaktoru přidán kuželový lem, který později zajistí pohodlné umístění nádoby do připravených výrobních prostor.

5.4 Víko čtvrtprovozního reaktoru

Pro spojení se standardizovanou nádobou byla navržena obdobná příruba pro spojení obou částí upínacími svorníky (obruč pro zavěšení svorníků je součástí dodávané nádoby).

Výroba klenutého víka reaktoru je oproti běžné praxi o něco složitější. Nelze použít na trhu běžně dostupná klenutá dna, vytvořit otvory pro hrdla a ty následně přivařit. Přechod mezi klenutím dna a trubkou hrdla by byl příliš ostrý a nebylo by možné vytvořit kvalitní smaltovaný povrch.

Proto je třeba dodržovat předpisy pro přechody mezi plochami, které firma provádějící smaltování víka, požaduje. 3V Tech používá pro výrobu otvorů pro přivaření hrdel různých přípravků, které se pro jednotlivé světlosti a tloušťky materiálu liší. Dle požadavků na počet a velikost hrdel se z této řady vybírá.

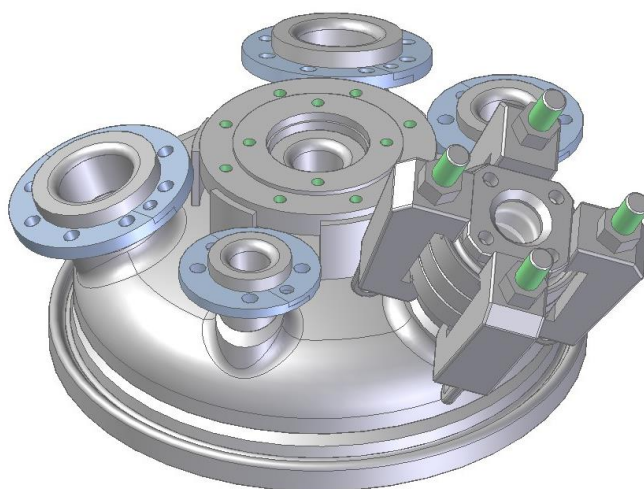
5.4.1 Výpočet dle EN 13 445

Pevnostní výpočet víka čtvrtprovozního reaktoru byl proveden za pomoci programu San't Ambrogio, dle evropské normy EN 13 445 (viz Příloha 8).

5.4.2 Hrdla

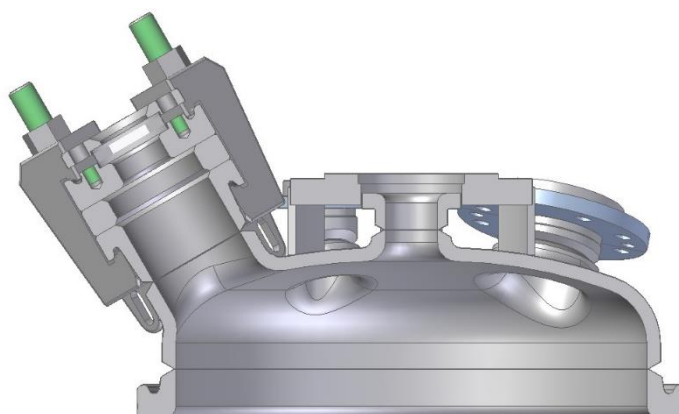
Jakmile je vytvořen polotovár víka (viz Obr. 24), jsou na jednotlivá hrdla přivařeny obruby. Vnitřní povrch pak může být opatřen smaltem.

Všechna hrdla jsou v provedení obruba – točivá příruba, což je daň za vysoce korozně odolný smaltovaný povrch. Běžná přírubová hrdla se ve smaltovaném provedení nevyrábějí.



Obrázek 24 - Víko čtvrtprovozního reaktoru

Jedinou další alternativou je použití spoje se svorníky, stejně jako pro hlavní přířubový spoj víko – nádoba. Tého geometrie bylo využito pro hrdlo s kontrolním otvorem s průhledítkem (viz Obr. 25).

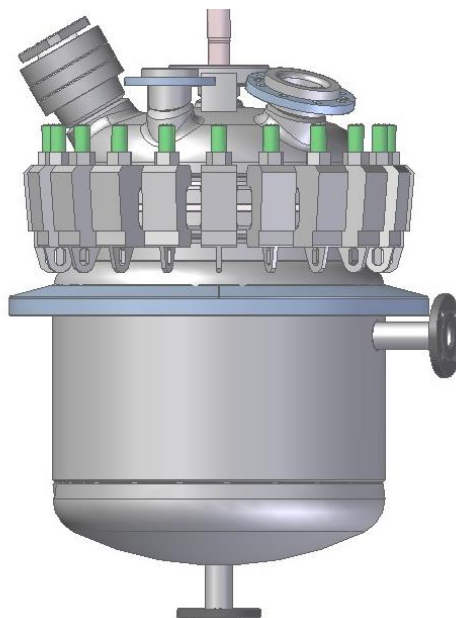


Obrázek 25 - Víko, detail hrdla s průhledítkem

Kvůli procesu smaltování nejsou uvnitř nádoby žádné pevně připojené vestavby, vše se musí řešit skrz hrdla na víku nádoby. Hrdla samozřejmě slouží ke vstupu reaktantů (DN80), k zajištění měření důležitých parametrů uvnitř aparátu (DN40), jako jsou tlak a teplota. Jedno z hrdel slouží jako kontrolní (DN100), o něm již bylo pojednáno. Obdobně jako u laboratorního reaktoru, i zde vyprazdňování nádoby zajišťuje výtlačná trubka, která bude do vnitřního prostoru aparátu vložena skrz jedno z hrdel (DN80). Poslední z hrdel, která jsou na víku umístěná, je hrdlo DN50, které slouží jako vstup pro umístění jedné smaltované narážky typu „sword“.

5.5 Upínací svorníky

Hlavní příruby víka a nádoby jsou spojeny 24 kusy upínacích svorníků (viz Obr. 26), oblíbeným řešením spoje pro smaltované aparáty. Výhodou je zavěšení svorníků na obruč, která je přivařena na nádobu reaktoru, nedochází tak k jejich ztrátě, jsou vždy příhodně po ruce.

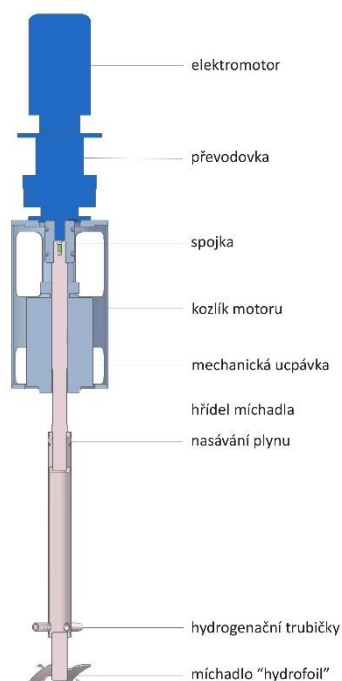


Obrázek 26 - Hlavní přírubový spoj

5.6 Míchací zařízení

Míchání reaktoru zajišťuje zařízení navrhované pro součinnost objednané nádoby reaktoru a víka reaktoru dle vlastního návrhu. Na víku je centrálně umístěno hrdlo pro připojení míchacího zařízení (viz Obr. 27). Součástí centrálního hrdla je příruba pro připojení dvou sad šroubů na různých roztečných průměrech. Jedna sada slouží pro připojení mechanické ucpávky, druhá sada slouží pro připojení kozlíku motoru a převodovky. Pro zvýšení tuhosti tohoto spojení s pohonem byla příruba po vnějším okraji vyztužena pásy z oceli.

Celé míchací zařízení sestává z třífázového asynchronního motoru, převodového ústrojí, kozlíku motoru, spojky, ucpávky, hřídele míchadla a míchadla.



Obrázek 27 - Míchací zařízení čtvrtprovozního reaktoru

5.6.1 Pohon

Výběr pohonu míchacího zařízení vychází z postupu „scale-up“. V tabulce 16 byly uvedeny požadavky na výkon, krouticí moment a otáčky motoru. Tyto parametry posloužily pro výběr třífázového asynchronního elektromotoru.

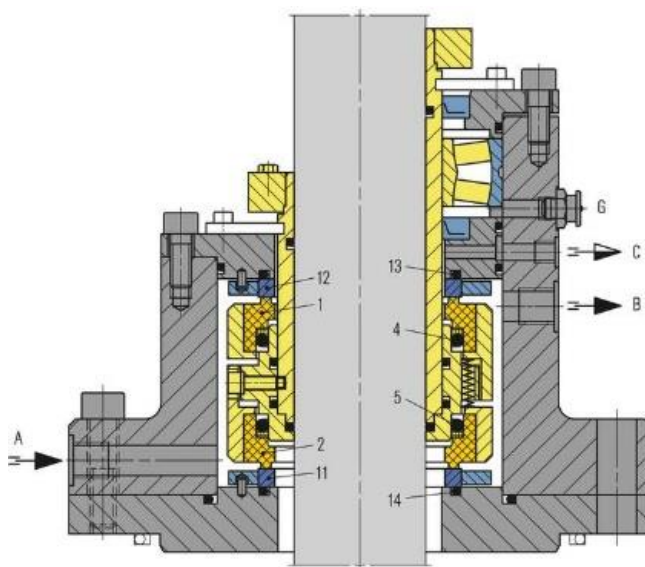
Dalším rozhodujícím faktorem pro výběr motoru byl požadavek zákazníka na ATEX provedení. To znamená, aby zařízení mohlo pracovat v prostředí s nebezpečím výbuchu. Bylo stanoveno jak vnější prostředí, ve kterém bude aparát provozován, tak vnitřní. Vnější prostředí Zóna 2 IIB T4, čemuž odpovídá použití zařízení s označením II 3G IIB Tx X. Vnitřní prostředí Zóna 1 IIB T4, čemuž odpovídá použití zařízení s označením II 2G IIB c Tx X.

Proto byl zvolen motor s označením EEx - de / IIB / T4 ATEX II 2GD T4 - IP55 - 4 póly (1400 ot/min), V 230Δ / 400Y – 50 Hz – 0,75 kW a jemu odpovídající čelní převodovka.

Pro správný průběh reakce je důležitá rychlost otáčení. Protože zatím není jasné, jaká přesně je tato rychlost, je pro proces důležitá možnost její změny. Toto má na starosti frekvenční měnič. Ovládání bude napojeno na rozvaděč, který bude celý proces míchání a ohřevu reaktoru řídit.

5.6.2 Ucpávka

Utěsnění průchodu hřídele míchadla skrz víko nádoby má na starosti ucpávka. Byla zvolena dvojitá mechanická ucpávka (viz Obr. 28), která eliminuje problémy s netěsnostmi na straně produktu a jeho případné kontaminace. Ověřeným dodavatelem mechanických ucpávek je EagleBurgmann. Z jejich nabídky byla vybrána dvojitá mechanická ucpávka a označením HSHL – D (s integrovaným axiálním ložiskem). Tento typ ucpávek je navržen se zvláštním ohledem na uchování těsnosti na produktové straně [55]. Ani při rychlé změně tlaku uvnitř aparátu nedojde ke kontaminaci obsahu nádoby, což je pro tuto aplikaci důležité.



Obrázek 28 - Dvojitá mechanická ucpávka HSHL-D EagleBurgmann [55]

5.6.3 Hřídel míchadla a míchadlo

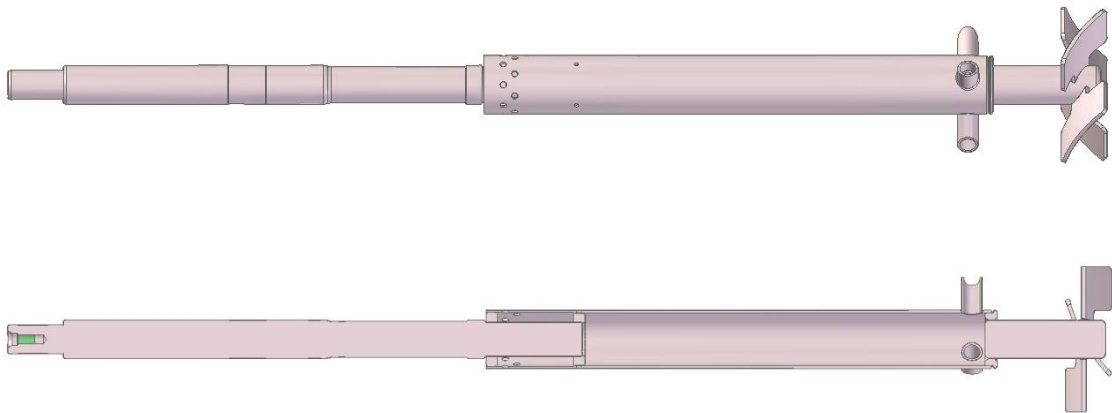
Ačkoli je samozřejmě možné použít míchadlo smaltované a zachovat tak materiálové provedení nádoby a víka aparátu, bylo rozhodnuto jinak. Možnosti smaltování jsou poměrně dobré, je možné smaltovat širokou škálu míchadel s ohledem na dodržení podmínek hladkého přechodu ploch. Spousta takových míchadel je dokonce v nabídce dodavatelů smaltovaných produktů [56], (viz Obr. 29).



Obrázek 29 - Smaltovaná míchadla [56]

Zákazník však vznesl požadavek na umístění míchadla hydrogenačního (viz Obr. 30), to znamená s rozvodem plynu (vodíku) nad míchadlem. S touto geometrií se zatím technologie smaltování nevyrovnala, proto bylo rozhodnuto o použití ověřeného materiálu – titanu.

Hřídel míchadla čtvrtprovozního reaktoru byla dimenzována dle stejných vztahů jako pro laboratorní reaktor (viz Příloha 9). Postup VÚCHZ je konzervativní, ovšem poskytuje bezpečný výpočet na základě vlastností titanu, které jsou k dispozici.



Obrázek 30 - Hydrogenační míchadlo

Jak vidíme na předchozím obrázku, jde o komplikovanější případ než u laboratorního reaktoru. Je třeba ověřit jak tloušťku kruhové tyče, ze které je vyrobena ta část hřídele míchadla, která jej spojuje s pohonem, tak trubku, kterou je rozváděn plyn do spodní části nádoby.

Což nás přivádí k samotnému návrhu míchadla. Jak už bylo řečeno, vrchní část vyrobená z kruhové tyče zajišťuje spojení s pohonem míchadla. Jednotlivé části jsou obrobeny dle kvalitativních a rozměrových požadavků na připojovací plochy spojky a mechanické ucpávky.

S touto částí hřídele je nalisováním a přivařením spojena trubka, která pomáhá přivádět plyn do spodní části nádoby. Plyn je vlivem otáčení míchadla nasáván nad hladinou vsádky v nádobě dvěma sadami kruhových otvorů, dále postupuje skrz otvory ve ztužovacím kroužku a pokračuje až dolů k trojici rozvodných orientovaných trubiček.

Pro míchací zařízení s rozvodem vzduchu skrz hřídel míchadla se s výhodou používá tzv. hydrofoilů (viz Obr. 31). Jde o optimalizovaná míchadla, vycházející z lodních vrtulí. Mají vysoký čerpací výkon v axiálním směru v porovnání s energií, kterou je jim pro tento výkon nutno dodat [16]. Existuje více variant hydrofoilů, obvykle se liší od výrobce k výrobcí, každý z nich je optimalizuje dle svých poznatků o jejich fungování. Obecně však lze mluvit o dvou základních typech – třílopatkový hydrofoil s rovnými lopatkami a tří- nebo čtyřlopatkový hydrofoil se zaoblenými lopatkami.

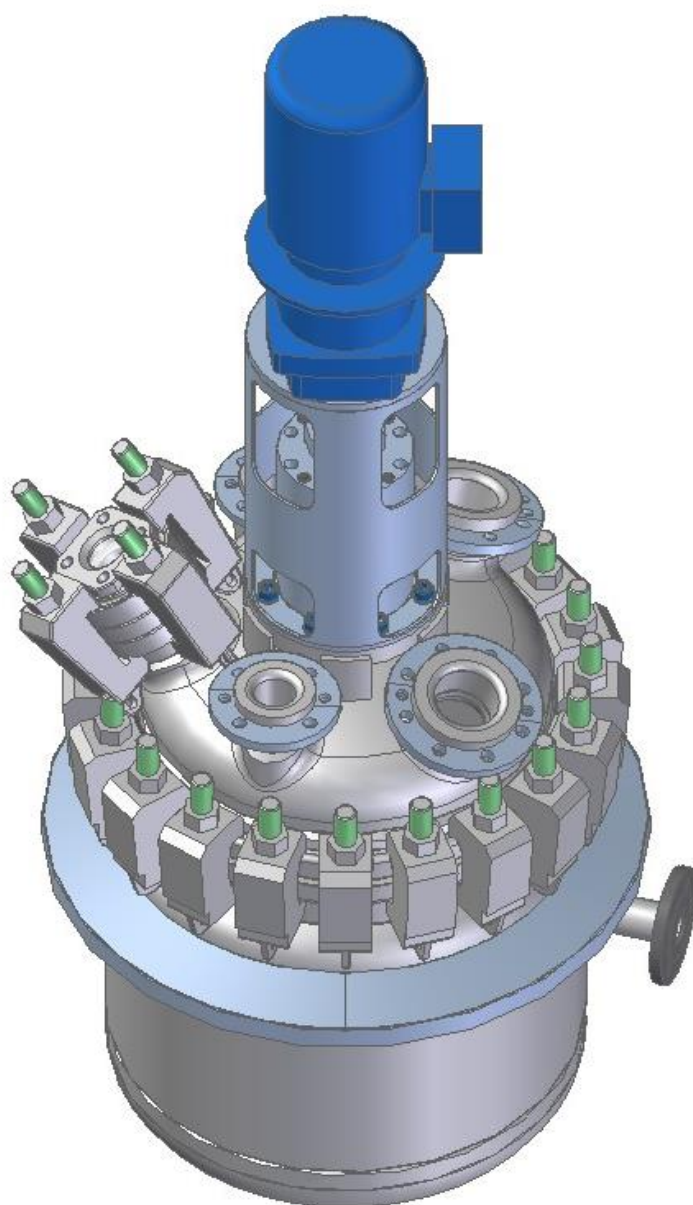


Obrázek 31 - Základní typy míchadel typu hydrofoil [16]

Druhý jmenovaný se užívá pro látky o střední viskozitě a především pak pro procesy, kde je třeba dispergace plynu v obsahu nádoby. Což je i tento případ, proto byl tento typ míchadla a toto tvarování lopatek míchadla použito v návrhu. Konkávně zaoblená část lopatky musí vždy být otočena ke straně výtlaku čerpadla.

5.7 Výkresy

Příloha 10 obsahuje sestavný výkres čtvrtprovozního reaktoru. Jedná se o sestavu kupované nádoby reaktoru, její sestavný výkres není obsahem dokumentace. Předmětem návrhu bylo víko reaktoru a míchací zařízení reaktoru, jejich sestavné výkresy jsou Přílohou 11, obsahuje odkazy na další sestavné výkresy, případně výkresy součástí.



Obrázek 32 - Čtvrťprovozní reaktor 100L

Závěr

Cílem této diplomové práce byl návrh, výroba a instalace laboratorního reaktoru z vysoce odolných konstrukčních materiálů pro potřeby výzkumného ústavu, který pracoval na vývoji nových technologických postupů a látek. Jednalo se o katalytické tlakové procesy v silně korozivním prostředí, návrh laboratorního reaktoru tomu musel být uzpůsoben. V návaznosti na návrh laboratorního reaktoru a výsledky průběhu experimentů na straně výzkumného ústavu bylo taktéž cílem navrhnout čtvrtprovozní aparaturu pro ověřovací syntézu nových látek.

Existuje celá řada různých typů a tvarů chemických reaktorů, které by mohly posloužit požadavkům na oba navrhované reaktory kladeným. Základní dělení reaktorů a výhody jejich užití shrnují kapitoly 1.1 a 1.2. Pro menší objemy a experimentální výrobu se volí použití vsádkových reaktorů.

Geometrické zpracování jednotlivých částí konstrukce takového vsádkového reaktoru je rozebráno v následujících kapitolách, věnují se nádobě, víku, přírubovému spoji, provedení hrdel, možnostem míchání a temperace obsahu chemického reaktoru.

Pro potřeby laboratorní výroby byl zvolen vsádkový reaktor o pracovním objemu 1L. Tento reaktor měl pracovat za poměrně vysokého tlaku 40 bar a vysoké teploty 200 °C.

Na základě vybraných syntéz byla provedena literární rešerše a vytvořen seznam možných konstrukčních materiálů, ze kterých by bylo možné reaktor vyrobit. Literatura zcela nepokrývala širokou škálu korozní odolnosti vybraných materiálů vůči zvoleným korozním prostředím, proto bylo rozhodnuto o ověření jejich vlastností pomocí korozních zkoušek.

Byly provedeny dlouhodobé korozní zkoušky na základě příslušných norem. Z výsledků korozních zkoušek vyšel velmi dobře komerčně čistý titan, poměrně dobře také niklové slitiny typu Hastelloy, ovšem komerčně čistý nikl neměl dobré výsledky. Ani korozivzdorné oceli si nevedly nejlépe.

Na základě korozních zkoušek bylo rozhodnuto o použití titanu jako konstrukčního materiálu. S ohledem na vlastnosti materiálu, na velikost navrhovaného reaktoru a požadavky zákazníka byl laboratorní reaktor navržen, vyroben a následně také uveden do provozu.

Postupu návrhu laboratorního reaktoru a vysvětlení preference určitých konstrukčních řešení se věnuje kapitola 3. Podkapitoly se věnují jednotlivým částem reaktoru, jako jsou nádoba a víko reaktoru, objímka typu „clamp“, dále se věnují míchání a temperaci reaktoru a jeho výstroji. Návrh sám o sobě nestačí, dimenzování jednotlivých částí musí vycházet z pevnostního

výpočtu tlakového zařízení. Pevnostní výpočet nádoby a víka reaktoru byl proveden z části dle evropské normy EN 13 445 a z části dle americké normy ASME Section VIII. Evropská norma bohužel nezahrnuje spojení typu „clamp“, proto musel tento výpočet být proveden dle normy americké.

Stavební a tlakové zkoušky, která předcházela jeho instalaci a uvedení do provozu, věnuje kapitola 4.

Po uvedení do provozu laboratorního reaktoru bylo přikročeno k návrhu reaktoru čtvrtprovozního, viz kapitola 5. Návrh vycházel ze „scale-up“ postupu založeném na kritériu konstantního měrném příkonu. Geometrie laboratorního reaktoru a čtvrtprovozního reaktoru se v mnohém liší, tyto změny byly do postupu „scale-up“ taktéž zahrnuty.

Základní změnou, od které se další odvíjejí je změna materiálového provedení čtvrtprovozního reaktoru. Výroba většího reaktoru z titanu by byla poměrně nákladná. Chemicky odolný smalt nabízí obdobnou korozní odolnost, ne-li lepší, za podstatně nižších výrobních nákladů. Navíc odpadají problémy aplikace smaltovaného povrchu spojené s malými rozměry laboratorního reaktoru.

Další výraznou změnou je požadavek zákazníka na použití hydrogenačního míchadla. Ačkoli jde opět o axiální míchadlo, čerpací výkon míchadla se mění a tím i intenzita míchání obsahu reaktoru.

K práci konstruktéra patří také rozhodnutí o využití na trhu dostupných součástí, jejichž vlastní výroba by znamenala zbytečné navýšení nákladů. Smaltování tlakových nádob se na evropském trhu nevěnuje mnoho firem a ještě méně těch, které jsou schopné dodat zařízení pracující při provozním tlaku 40 bar. Jednou z nich je firma 3V Tech, která ve svém portfoliu nabízí i dodávku typizovaných smaltovaných nádob. Nádoba čtvrtprovozního reaktoru by nebyla příliš odlišná od té, která je již na trhu, proto byla využita.

Návrh čtvrtprovozního reaktoru byl tedy omezen na návrh víka reaktoru a míchacího zařízení, ovšem bylo třeba zajistit kompatibilitu dodávané a navrhované části. Návrh hlavní příruby byl uzpůsoben provedení příruby na nádobě reaktoru. Navíc na základě konzultace s technologií firmy 3V Tech byly dodrženy požadované přechodové plochy důležité pro kvalitní provedení povrchové úpravy.

Návrh příslušných částí čtvrtprovozního reaktoru byl všem těmto požadavkům přizpůsoben a návrhu těchto jednotlivých částí se blíže věnují jednotlivé podkapitoly.

Opět byl proveden pevnostní výpočet, který ověřil dimenzování jednotlivých tlakem a teplotou namáhaných součástí. Tentokrát byl výpočet proveden pouze podle evropské normy EN 13 445. Provedené výpočty a výkresy obou navrhovaných reaktorů jsou součástí příloh.

Seznam použité literatury

- [1] CEFIC. *Facts and Figures 2017 of the European Chemical Industry*. [online]. [cit. 20.7.2018]. Dostupné z: <http://www.cefic.org/Facts-and-Figures/>
- [2] ČTP SusChem. *Technologický foresight chemického průmyslu ČR v kontextu globálního vývoje*. [online]. [cit. 20.7.2018]. Dostupné z: https://www.suschem.cz/images/dokumenty/Technologicky foresight_CTP_SusChem_2017_10.pdf
- [3] DITL, Pavel. *Chemické reaktory*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2000. ISBN 80-01-02207-2.
- [4] FURUSAKI, Shintaro. Reactor Types and Their Applications. V: TOMINAGA, Hiroo, MASAKAZU, Tamaki. *Chemical Reaction and Reactor Design*. Chichester: John Wiley & Sons, Inc., 1997. ISBN 0-471-97792-6.
- [5] BÍLKOVÁ, Tereza. *Reaktory a bioreaktory ve farmaceutickém průmyslu*. Praha, 2016. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze. Fakulta strojní.
- [6] University of York Centre for Industry Education Collaboration. *Chemical reactors*. [online]. [cit. 5.8.2018]. Dostupné z: <http://www.essentialchemicalindustry.org/processes/chemical-reactors.html>
- [7] COUPER, James R., FAIR, James R., PENNEY, W.Roy, WALAS, Stanley M. *Chemical Process Equipment: Selection and Design*. Third Edition. Waltham: Elsevier, Inc., 2012. ISBN 978-0-12-396959-0.
- [8] EKATO Holding GmbH. *Ekato. The Book. 3rd Edition*. Freiburg: Ekato Holding GmbH, 2012. ISBN 978-3-00-038660-2.
- [9] Engineers Edge. *Pressure Vessel External Pressure Calculations*. [online]. [cit. 5.8.2018]. Dostupné z: https://www.engineersedge.com/material_science/pressure_vessel_external_pressure_calculations_9857.htm
- [10] WGR Rathmann GmbH & Co. *Segment Screw Clamps*. [online]. [cit. 18.7.2016]. Dostupné z: <http://www.wgr-rathmann.com/index.php/en/2013-08-14-11-42-59/segmentscrewclamp>
- [11] TENEZ a.s. *Zásobníky*. [online]. [cit. 18.7.2016]. Dostupné z: <http://www.tenez.cz/produkty/smaltovane-zasobniky>

- [12] HEMRAJANI, Ramesh R. TATTERSON, Gary B. Mechanically Stirred Vessels. V: PAUL, Edward L., ATIEMO-OBENG, Victor A., KRESTA, Suzanne M. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2004. ISBN 0-471-26919-0.
- [13] ARMAT spol. s r.o. *Příruby EN 1092-1*. [online]. [cit. 30.7.2018]. Dostupné z: <http://www.armat.cz/pdf/nerezove-priruby-en-1092-1.pdf>
- [14] ARMAT spol. s r.o. *CLAMP hrdla přivařovací*. [online]. [cit. 30.7.2018]. Dostupné z: <http://www.armat.cz/pdf/spojeni-clamp-hrdla.pdf>
- [15] Ventile & Fittings Praha spol. s r.o. *Šroubení SUPERLOK*. [online]. [cit. 30.7.2018]. Dostupné z: http://www.ventile.cz/produkty/instrumentace/sroubeni/sroubeni-superlok?manufacturer_id=
- [16] DICKEY, David S. Fluid Mixing Equipment design. V: CULLEN, P. J., ROMANACH, Rodolfo J., ABATZOGLOU, Nicolas, REILLY, Chris D. *Pharmaceutical Blending and Mixing*. Chichester: John Wiley & Sons, Ltd., 2015. ISBN 9780470710555.
- [17] DICKEY, D. S., FASANO, J. B. Mechanical Design of Mixing Equipment. V: PAUL, Edward L., ATIEMO-OBENG, Victor A., KRESTA, Suzanne M. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2004. ISBN 0-471-26919-0.
- [18] HASAL, Pavel, SCHREIBER, Igor, ŠNITA, Dalimil. *Chemické inženýrství I. 2. vydání*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2007. ISBN 978-80-7080-002-7.
- [19] ŠTĚRBÁČEK, Zdeněk, TAUSK, Petr. *Míchání v chemickém průmyslu*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1959. Typové číslo L16-B3-4-II/6189.
- [20] PENNEY, W. Roy, ATIEMO-OBENG, Victor A. Heat Transfer. V: PAUL, Edward L., ATIEMO-OBENG, Victor A., KRESTA, Suzanne M. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2004. ISBN 0-471-26919-0.
- [21] VUOS a.s., VSK Pardubice, s.r.o. *Katalytické tlakové procesy v extrémně korozivních prostředích*. [archiv firmy]. Pardubice, 2018.
- [22] VAŠICA, Zdeněk. *Katalytické tlakové procesy v extrémně korozivních prostředích. Technická zpráva: Materiálová studie*. Pardubice, 2018. Materiálová studie.
- [23] AZO Materials. *Titanium – Corrosion by Acids*. [online]. [cit. 20.7.2018]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1240>

- [24] TIMET. *Corrosion Resistance of Titanium*. [online]. [cit. 20.7.2018]. Dostupné z: <https://www.nrc.gov/docs/ML9932/ML993210187.pdf>
- [25] Intech Services. *Teflon™ Ruby Red PFA in Liquid and Powder*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <https://intechservices.com/teflon-ruby-red-pfa-in-liquid-and-powder/>
- [26] Tantaline®. *Tantaline® Treatment*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <https://tantaline.com/technology/tantaline-treatment/>
- [27] Bohdan Bolzano s.r.o. *X5CrNi18-10*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <https://www.bolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/vyrobky-z-korozivzdornych-a-zaruvzdornych-oceli/vyrobky-z-oceli-korozivzdornych/materialove-listy/x6crni18-10-austeniticke>
- [28] METALCOR. *Datasheet: 1.4361 (Alloy 1815)*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <http://www.metalcor.de/en/datenblatt/9/>
- [29] METALCOR. *Datasheet: 1.4404*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <http://www.metalcor.de/en/datenblatt/12/>
- [30] METALCOR. *Datasheet: 1.4541*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <http://www.metalcor.de/en/datenblatt/33/>
- [31] Bohdan Bolzano s.r.o. *X6CrNiMoTi17-12-2*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <https://www.bolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/vyrobky-z-korozivzdornych-a-zaruvzdornych-oceli/vyrobky-z-oceli-korozivzdornych/materialove-listy/x6crnimoti17-12-2-austeniticke>
- [32] Bohdan Bolzano s.r.o. *X8CrNi25-21*. [online]. [cit. 21.7.2018]. Dostupné z: <https://www.bolzano.cz/cz/technicka-podpora/technicka-prirucka/vyrobky-z-korozivzdornych-a-zaruvzdornych-oceli/vyrobky-z-oceli-zaruvzdornych/materialove-listy/x8crni25-21-austeniticke>
- [33] HAYNES International, Inc. *Hastelloy® B-3® alloy*. [online]. [cit. 22.7.2018]. Dostupné z: <http://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/corrosion-resistant-alloys/brochures/pdf-alloy-b-3.pdf?sfvrsn=18>
- [34] HAYNES International, Inc. *Hastelloy® C-4® alloy*. [online]. [cit. 22.7.2018]. Dostupné z: <http://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/corrosion-resistant-alloys/brochures/c-4-brochure-practice.pdf?sfvrsn=8>

- [35] HAYNES International, Inc. *Hastelloy® C-22® alloy*. [online]. [cit. 22.7.2018]. Dostupné z: <http://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/corrosion-resistant-alloys/brochures/c-22-brochure.pdf?sfvrsn=4>
- [36] INKOSAS a.s. *Titan Grade 2: Komerčně čistý titan*. [online]. [cit. 22.7.2018]. Dostupné z: <http://www.inkosas.cz/download/titanove-slitiny-grade/titan-grade-2.pdf>
- [37] Special Metals. *Nickel 200 & 201*. [online]. [cit. 22.7.2018]. Dostupné z: <http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/nickel-duranickel/nickel-200-201.pdf>
- [38] ČSN ISO 11 845. *Koroze kovů a slitin – Všeobecné zásady pro korozní zkoušky*. Praha: Český normalizační institut, 1997.
- [39] VUOS a.s., VSK Pardubice s.r.o. *Zpráva o realizaci*. [archiv firmy]. Pardubice, 2018.
- [40] VUOS a.s. *Koroze 2000 h*. [archiv firmy]. Pardubice, 2018.
- [41] VUOS a.s. *C22 500 h*. [archiv firmy]. Pardubice, 2018.
- [42] PAUL, Edward L., MIDLER, Michael, SUN, Yongkui. Mixing in the Fine Chemicals and Pharmaceutical Industries. V: PAUL, Edward L., ATIEMO-OBENG, Victor A., KRESTA, Suzanne M. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2004. ISBN 0-471-26919-0.
- [43] DEKKER, Cornelis J., STIKVOORT, Walther J. Improved Design Rules for Pipe Clamp Connectors. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. [online]. 2004, Vol. 81, Issue 2. [cit. 3.8.2018]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308016103001960>
- [44] ASME Boiler and Pressure Vessel Code. Section VIII. *Rules for Construction of Pressure Vessels*. New York: The American Society of Mechanical Engineers, 2015.
- [45] VSK Pardubice s.r.o. *Tabulka hrdel*. [archiv firmy]. 2018
- [46] Premex Reactor AG. *Magnetic Stirrers: Pressurized, with motor*. [online]. [cit. 30.7.2018]. Dostupné z: <http://www.premex-reactorag.ch/index.php?page=383>
- [47] Premex Reactor AG. *Funrun mrk*. [online]. [cit. 30.7.2018]. Dostupné z: http://www.premex-reactorag.ch/media/archive2/funrun_mr_k_e.pdf

- [48] DITL, Pavel, NOVÁK, Václav. *Dimenzování hřídelů míchacích zařízení*. [online]. [cit. 31.7.2018]. Dostupné z: http://users.fs.cvut.cz/tomas.jirout/vyuka/p2_hmp/dhmz.pdf
- [49] CVS 69 1025 *Třílopatkové míchadlo s rovnými šikmo umístěnými lopatkami*. Brno.
- [50] MASTERWATT Srl. *MIKAPLAST Micanite Heater Bands For Plastification Cylinders*. [online]. [cit. 1.8.2018]. Dostupné z: <http://www.masterwatt.it/contentOne.aspx?sx=164&dx=165&tx=44&lng=EN&cm1=52>
- [51] GHM – GREISINGER s.r.o. *GTF 102: Zakázkový snímač teploty se závitem*. [online]. [cit. 3.8.2018]. Dostupné z: <https://greisinger.cz/GHM-GREISINGER-GTF-102-Zakazkovy-snimac-teploty-se-zavitem>
- [52] JSP s.r.o. *Snímač relativního a absolutního tlaku Rosemount 2088*. [online]. [cit. 3.8.2018]. Dostupné z: http://www.jsp.cz/cz/sortiment/seznam_dle_kategorii/snimace_tlaku_a_tlakove_diference/snimace_tlaku_a_tlakove_diference/snimac-relativniho-absolutniho-tlaku-rosemount-2088.html
- [53] DICKEY, David S. Scale-up. V: CULLEN, P. J., ROMANACH, Rodolfo J., ABATZOGLOU, Nicolas, REILLY, Chris D. *Pharmaceutical Blending and Mixing*. Chichester: John Wiley & Sons, Ltd., 2015. ISBN 9780470710555.
- [54] 3V Tech S.p.A. *Process Equipment: Glass Lining*. [online]. [cit. 3.8.2018]. Dostupné z: <http://www.3v-tech.com/en/process-equipment/5/glass-lining>
- [55] EagleBurgmann. *HSH -D*. [online]. [cit. 10.8.2018]. Dostupné z: <https://www.eagleburgmann.com/en/products/mechanical-seals/agitator-seals/liquid-lubricated-seals/hsh-d>
- [56] 3V Tech S.p.A. *Glass Lining: Agitation Systems*. [online]. [cit. 10.8.2018]. Dostupné z: <http://www.3v-tech.com/en/process-equipment/27/agitation-systems>