



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 05.09.74 (P. 173895)

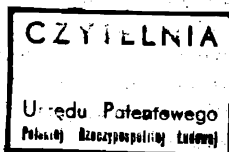
Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 27.03.76

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1978

Int. Cl.²

B01F 5/26



Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Eszakmagyarországi Vegyiművek, Sajóbábony
(Węgry)

Mieszadło do intensyfikacji procesów przenoszenia

1

Przedmiotem wynalazku jest mieszadło do intensyfikacji procesów przenoszenia, przeznaczone zwłaszcza do prowadzenia w sposób ciągły heterogenicznych reakcji chemicznych.

Pod pojęciem procesów przenoszenia rozumie się wszystkie procesy zachodzące przy rozpraszaniu, wytwarzaniu zawieszin, emulsji lub pian, przy rozpylaniu lub ekstrakcji, przy absorpcji gazu przez ciecz, przy koagulacji podjętej w celu usunięcia układu rozproszonego itd.

Pod pojęciem mieszadeł rozumie się środki, które umożliwiają lub przyspieszają wymienione wyżej procesy.

W reakcjach homogenicznych, a zwłaszcza heterogenicznych występują wszystkie procesy przenoszenia, szczególnie ważne są jednak procesy przenoszenia komponentów i ciepła.

Do realizacji procesów przenoszenia zastosowano wiele różnych technicznych rozwiązań i urządzeń.

Najbardziej rozpowszechnionym w praktyce przemysłowej sposobem realizującym proces przenoszenia, jest mieszanie.

Znane są z literatury np. Gabor Fejéz: *Ipari keverőberendezések* (= Mieszalniki przemysłowe), Muszaki Konyvkiado' Budapest, 1970, różne rodzaje mieszalników.

Znane są mieszadła dwu- i trójwymiarowe, sztywno zamocowane na osi mieszalnika, w których wzrost prędkości obrotowej jest ograniczony przez opór cieczy oraz przez masę mieszadła.

2

W przypadku homogenizatorów (młyn koloidalny, homogenizator wysokociśnieniowy, specjalne młyny kulowe, tzw. młyny perełkowe) rozproszenie faz osiąga się innym sposobem, niż w przypadku mieszalników. Również w homogenizatorach, pracujących przy dużych prędkościach przepływu cieczy, mieszadła mają określone powierzchnie, z których jedna jest zamocowana nieruchomo, natomiast druga rozprasza w wyniku szybkiego obrotu (np. w przypadku młyna koloidalnego dwie stożkowe powierzchnie, gładkie lub rowkowane). O skuteczności tego typu urządzeń decyduje wielkość szczeliny między tymi powierzchniami.

W młynach perełkowych przestrzeń mieszalnika wypełniona jest w około 60% kulami różnej wielkości (0,3—3 mm). Kule te są poruszane za pomocą części mieszającej w środowisku przeznaczonym do rozproszenia.

Znany jest wpływ wartości liczby Reynoldsa na rozpraszanie heterogenicznych faz w wyniku mieszania. Jeśli wartość liczby Reynoldsa jest mniejsza od 2300, występuje przepływ laminarny, przy wartościach przekraczających Re_{kryt} , to znaczy powyżej 2300, zaczyna się przepływ burzliwy.

Znany jest fakt, że procesy przenoszenia uruchamiane są lepiej w zakresie przepływów burzliwych. Wartość Re zależy od stałej dla danej cieczy i od współczynnika oporu c (Re), do którego wchodzi pośrednio: średnica mieszadła d i liczba obrotów n , to znaczy prędkość obwodowa.

Aby zwiększyć szybkość procesów przenoszenia trzeba zwiększyć prędkość obwodową mieszadła, poprzez podwyższenie liczby obrotów lub zwiększenie jego średnicy, albo stosując obie metody. Zwiększenie szybkości procesu przenoszenia oraz zwiększenie gęstości strumienia impulsów, składników i ciepła uzyskuje się zwykle przez zwiększenie ich intensywności.

W pojęciu nowoczesnej termodynamiki (s. Pal Szolcsányi: Vegyipari műbeleti egységek energetikai analízise) = Analiza energetyczna jednostek funkcyjnych w przemyśle chemicznym, s. 296—324, Budapest 1972) poprzez zwiększenie intensywności należy rozumieć zwiększenie szybkości procesu, wzmożenie przenoszenia impulsów, składników i ciepła przy danej objętości lub danej powierzchni.

Zwiększenie intensywności przenoszenia składników i ciepła może być uzyskane w przypadku stałej powierzchni przenoszenia tylko kosztem wzmożenia przenoszenia impulsów.

Zwiększyć intensywność można również poprzez zwiększenie powierzchni jednostkowej, przypadającej na jednostkę objętości, sztuczne zwiększenie burzliwości przepływu, zmniejszenie grubości warstwy granicznej (laminarnej podwarstwy granicznej).

W przypadku reakcji chemicznych pomiędzy fazami heterogenicznymi w wyniku działania tych czynników, zwiększa się intensywność, a obszar reakcji gradient stężenia i ciepła zmniejsza się lub spada do zera. W ten sposób obszar reakcji jest praktycznie pozbawiony różnic stężeniowych i cieplnych. W przypadku granicznym, kiedy gradient praktycznie jest równy zeru, proces może być realizowany w sposób ciągły.

Korzystnym skutkiem wynikającym z prowadzenia procesu w sposób ciągły jest to, że wymaga mniejszego urządzenia; poza tym jest korzystniejsze z gospodarczego punktu widzenia, bardziej wydajne, dostarcza produktu o jednolitym składzie, stałej jakości i zawierającego mniej produktów ubocznych.

Znane są z polskiego opisu patentowego nr 61159 mieszalniki z elementami mieszającymi w postaci brył z materiału ferromagnetycznego wykonanych jako ciała wypornościowe o względnym ciężarze właściwym równym w przybliżeniu ciężarowi mieszaniny.

Celem wynalazku jest opracowanie mieszadła do intensyfikacji procesów przenoszenia umożliwiającego w skuteczny sposób poprawienie jakościowe procesów przez wprowadzenie wymiarów geometrycznych znanych mieszadeł.

Cel wynalazku został osiągnięty przez to, że bierne lub aktywne mieszadło składa się z elementów jednowymiarowych, liniowych w stosunku do intensyfikowanej przestrzeni.

Przedmiot wynalazku uwidocznił się w przykładach wykonania na rysunku, na którym fig. 1b przedstawia element liniowy W mieszadła według wynalazku, fig. 5 — mieszadło bierne, fig. 6 — mieszadło aktywne, fig. 7 — mieszadło aktywne w innym przykładzie wykonania.

Mieszadło określa się jako bierne, gdy liniowe elementy W_p nie służą do dostarczania energii, lecz poruszają się swobodnie w fazach, obracają się lub drgają i stwarzają opór dla fal, wytwarzanych przez znane mieszadło I (fig. 5).

Elementy W_p biernego mieszadła są obojętne w odniesieniu do reagujących faz i sporządzone są ze stałego, elastycznego materiału, korzystnie z metalu lub tworzywa sztucznego. Mogą być proste, zakrzywione, faliste lub spiralne. Na ich główną charakterystykę składa się: „średnica” lub grubość elementów W_p , oznaczona przez q , ich długość l , która może być stała lub różna, i ilość sz elementów. Grubość elementów leży w granicach 10 do 5000 μm , stosunek grubości do długości $q:l$ w granicach 1:5 do 1:100. Ważną cechą elementów W_p jest ich długość całkowita, która w przypadku elementów liniowych o jednakowej długości podana jest wzorem

$$sl = l \cdot sz$$

Ilość sz użytych biernych elementów W_p ustala się tak, aby elementy zajmowały co najmniej 0,01% objętości całkowitej faz; maksymalnie może być użyta taka ilość elementów, aby znane aktywne mieszadło I mogło utrzymać fazy w stanie fluidalnym.

Mieszadło, poprzez które przenoszona jest energia z zewnętrznego źródła do przestrzeni poddawanej intensyfikacji, jest mieszadłem aktywnym (fig. 3, 4, 6 i 7). Zewnętrzna energia może być np. energią magnetyczną, elektryczną, elektromagnetyczną lub mechaniczną.

Aktywne elementy W_a mieszadła mogą być przymocowane do czopu końcowego wału mieszadła lub do powierzchni J. Powierzchnia J może być zamocowana sztywno, lecz także może wykonywać ruchy prostoliniowe lub obrotowe w zmiennych kierunkach, albo krzywoliniowe i drgające. Konieczna do tego energia pochodzi z zewnętrznego źródła.

Również mieszadło zbudowane z aktywnych liniowych elementów W_p ma charakterystykę główną składającą się z: średnicy q i długości l elementów, ich ilości sz i długości całkowitej zl elementów.

W mieszadle liniowym (fig. 6), w którym stosunek średnicy do grubości elementów W_a wynosi 1:10 do 1:5000, elementy W_a przymocowane są w jednym lub kilku punktach do powierzchni J, mogą jednak przy tym wykonywać swobodne drgania, poruszać się i zginać. Elementy W_a wykonane są z materiału obojętnego względem reagujących faz, zazwyczaj z metalu lub sztucznego tworzywa, jednakże elementy te może stanowić również gaz lub ciecz (fig. 7).

Cechami charakteryzującymi mieszadło według wynalazku są: powierzchnia mieszadła F (suma poszczególnych elementów W), oraz objętość mieszadła Q (suma objętości poszczególnych elementów W).

Objętość mieszadła Q jest w porównaniu ze znanymi mieszadłami cztery do dziesięciu razy mniejsza, a powierzchnia F co najmniej taka sama jak znanych mieszadeł, najczęściej jednak większa. W

wyniku tego powierzchnia, przypadająca na jednostkę objętości mieszadła, czyli powierzchnia jednostkowa F/Q , jest znacznie większa niż w przypadku znanych mieszadeł. W przeciwieństwie do tego objętość jednostkowa Q/F mieszadła jest znacznie mniejsza niż w znanych mieszadłach. Oznacza to, że masa mieszadła przypadająca na jednostkę powierzchni, jest znacznie mniejsza. Różnice są jeszcze większe, jeśli porówna się całkowitą długość ϵl elementów mieszadła z długością krawędzi tnących. W mieszadle według wynalazku całkowita długość krawędzi tnących w odniesieniu do jednostki powierzchni lub objętości jest 10 do 100 razy większa niż w przypadku mieszadeł znanych.

Przez utworzenie ilorazu z objętości V intensyfikowanej przestrzeni oraz z ϵl otrzymuje się wartość gęstości dla całkowitej długości, która przy zastosowaniu mieszadła według wynalazku jest dziesięć do tysiąca razy większa niż w znanych mieszalnikach.

W licznych doświadczeniach, wykonywanych z mieszadłami według wynalazku stwierdzono, że właściwości intensyfikacyjne mieszadeł są spowodowane ich dużą powierzchnią jednostkową i wysoką wartością gęstości długości całkowitej.

Stwierdzono, że zwiększenie szybkości procesów przenoszenia i wzrost intensywności rozpraszania jest tym korzystniejszy, im mniejszy jest promień krzywizny $q/2$ elementów W , im bardziej zbliżają się do siebie te submikroskopowe wymiary, większa jest powierzchnia jednostkowa mieszadła F/Q , większa jest gęstość całkowitej długości $\epsilon l/V$, dłuższa jest droga Z (suma dróg) przebyta przez element mieszadła w fazach w jednostce czasu, długość drogi całkowitej Z przebytej w jednostce czasu zależy, między innymi, od ilości elementów mieszadła, ich wymiarów, od średnicy mieszadła i szybkości jego obrotów.

Działanie intensyfikujące mieszadła według wynalazku, jest spowodowane wysokim wzrostem gęstości strumienia impulsów, która jest warunkiem wzrostu gęstości strumienia składników i ciepła. Mieszadło według wynalazku powoduje skokowy wzrost efektywnej gęstości strumienia masy. Przez zastosowanie zerowymiarowych mieszadeł punktowych i dwuwymiarowych mieszadeł liniowych rośnie powierzchnia względna faz, rośnie turbulencja i zmniejsza się grubość warstwy granicznej, tzw. laminarnej podwarstwy granicznej. Wzrost turbulencji w przypadku biernego mieszadła następuje w wyniku turbulencji wtórnych, wywołanych przez swobodnie poruszające się, obracające i drgające w fazach elementy liniowe W_p mieszadła, które powodują nakrzywianie izobarycznych linii przepływu, wywołanych np. przez mieszadło wirowe. Jednocześnie w sposób mechaniczny zmniejszona zostaje w wyniku wytworzenia wtórnych turbulencji grubość warstwy granicznej (podwarstwy granicznej), znajdującej się między ośrodkami turbulencji, wytworzonymi przez mieszadło.

Przy zastosowaniu aktywnego mieszadła, z uwagi na jego niewielką masę, osiągnąć można wyższą liczbę obrotów, w wyniku czego liczba Reynoldsa

przybiera większe wartości. Prowadzi to do wzmożenia turbulencji. Poza tym tworzy się dzięki dużej gęstości długości całkowitej więcej ośrodków turbulencji, w następstwie czego znajdująca się między nimi laminarna podwarstwa staje się cieńsza i jest jeszcze bardziej osłabiona przez drganie elementów mieszadła.

Mieszadło o dużej powierzchni jednostkowej ma w porównaniu ze znanymi mieszadłami, masę o rząd wielkości mniejszą przez co można znacznie zwiększyć liczbę obrotów (w cieczach osiąga się prędkość obwodową większą niż 30 m/s). Zwiększenie liczby obrotów nie powoduje drgań zginających wał mieszadła, ponieważ następuje jego samoczynne ustawienie centryczne; elementy mieszadła ustawiają się w cieczy odpowiednio do wewnętrznej tarcia.

Mieszadło według wynalazku, zawierające liniowe elementy W_a zostało porównane ze znanym mieszadłem turbinowym. Za pomocą obu mieszadeł sporządzano emulsję olej-woda i porównywano parametry techniczne. Z dziewięciu przeprowadzonych serii doświadczeń trzy wykonano z mieszadłem turbinowym, sześć z mieszadłem liniowym. Określono stałe warunki doświadczeń: 100 ml oleju i 1000 ml wody ($V = 1100$ ml) emulgowano w zlewce o średnicy $D = 130$ mm. W siedmiu seriach doświadczeń średnica d obu mieszadeł była jednakowa i wynosiła 43 mm, natomiast w dwóch seriach doświadczeń (seria 8 i 9) średnica d mieszadła liniowego wynosiła 80 mm. Mieszadła zanurzono w cieczy na taką głębokość, że oddalone były od dna zlewki o $h = 30$ mm. We wszystkich seriach doświadczeń używano tego samego silnika elektrycznego, którego liczba obrotów n na biegu jałowym wynosiła 4200 s^{-1} . Wysokość łopatek turbiny była taka sama jak wysokość, do której nanesione były elementy liniowe W_a na powierzchni obrotowej, osadzonej na osi mieszalnika.

Skuteczny czas mieszania przy emulgowaniu (w sekundach) określony został znanym sposobem (J. Gurger: Magyar Kemikusok Lapja) = Czasopismo węgierskich chemików 10, 466 (1962) sposobem przepuszczania światła przez naczynie mieszalnika i pomiar zmian natężenia światła w czasie. Czas, który mija do chwili, kiedy nie występuje zmiana natężenia światła, a więc natężenie przepuszczonego światła jest stałe, jest uważany za czas niezbędny do skutecznego zmniejszania. Otrzymana emulsja olej-woda przelewana była następnie do cylindra pomiarowego gdzie stwierdzono, ile czasu t (w minutach) potrzeba do całkowitego rozdzielenia faz.

Podczas mieszania mierzono również liczbę obrotów (n) mieszadła przy obciążeniu za pomocą obrotomierza.

Wyniki porównywanych doświadczeń zawarte są w poniższej tablicy. Każda wartość jest średnią z 10 pomiarów.

W tablicy użyte są następujące oznaczenia:

d : średnica mieszadła, mm,

sz : ilość elementów mieszadła — ilość łopatek turbiny lub ilość elementów liniowych,

F : powierzchnia mieszadła w mm^2 ,

Q : objętość mieszadła w mm^3 ,

n_k : liczba obrotów mieszadła z obciążeniem, w min^{-1} ,
 F/Q : powierzchnia jednostkowa mieszadła, w mm^2/mm^3 ,
 ϵl : długość całkowita mieszadła, mm,
 $\epsilon l/V$: gęstość długości całkowitej, tzn. całkowita długość mieszadła, odniesiona do objętości przestrzeni mieszanej, mm/ml,
 t : czas potrzebny do całkowitego rozwarstwienia faz, w min,

τ : czas potrzebny do skutecznego wymieszania, w s.

Długość 1 łopatek mieszadła lub elementów liniowych W_a wynosiła 14 mm w seriach doświadczeń 1—7, w seriach 8 i 9 wynosiła 32,5 mm. „Grubość” elementów liniowych (q) wynosiła 0,5 mm, stosunek średnicy do długości wynosił 1:28 w seriach doświadczeń 4—7, natomiast 1:65 w seriach 8 i 9.

Tablica

Seria doświadczeń	Typ elementu mieszadła	d	D/d	n_k	sz	F	Q	F/Q	l	l/v	τ	t
1	Turbina	43	3,02	3300	2	252,0	176,4	1,428	28	0,0254	145	14
2	"	43	3,02	3200	3	378,0	204,6	1,428	42	0,0508	141	14
3	"	43	3,02	3100	4	504,0	352,8	1,428	56	0,0762	135	12
4	Elem. liniowy W_a	43	3,02	3700	8	87,4	22,1	3,950	112	0,1010	80	97
5	" "	43	3,02	3700	16	174,8	44,2	3,950	224	0,2036	78	100
6	" "	43	3,02	3600	24	202,2	66,3	3,950	336	0,3054	74	105
7	" "	43	3,02	3600	40	437,0	110,5	3,950	560	0,5090	70	130
8	" "	80	1,62	2950	24	616,2	153,0	4,000	780	0,7090	65	210
9	" "	80	1,62	2900	40	1020,4	255,0	4,000	1300	1,1818	60	232

Z tablicy wynika, że w seriach doświadczeń 1—3 liczba obrotów przy obciążeniu spada o 22—26%. Czas mieszania może być tylko nieznacznie skrócony przez zwiększenie liczby łopatek turbiny. Czas, potrzebny do całkowitego rozwarstwienia emulsji jest bardzo krótki (12—14 min.).

W seriach doświadczeń 4—7 zastosowano elementy liniowe jednakowej długości, przymocowane jednym końcem do powierzchni obrotowej J na osi obrotu, natomiast drugi koniec mógł się swobodnie poruszać. Liczba obrotów przy obciążeniu spada tylko o 13—14%, przy stałym stosunku średnic D/d , czas τ , potrzebny do zmieszania, jest krótszy o połowę a czas t , konieczny do rozwarstwienia emulsji wzrasta ośmio- do dziesięciokrotnie.

W identycznych warunkach pobór mocy mieszadła liniowego według wynalazku jest o około 30—40% mniejszy, czas potrzebny do skutecznego zmieszania spada do połowy, a emulsja jest stabilna w czasie osiem do dziesięciu razy dłuższym. Mieszadło według wynalazku rozprasza skuteczniej przy mniejszym poborze energii i w krótszym czasie wykonuje więcej pracy przeciw siłom napięcia powierzchniowego oraz wykorzystana technicznie energia w odniesieniu do energii zużytej rośnie, a więc rośnie sprawność. W seriach doświadczeń 8 i 9 zmieniono długość 1 elementu, a stosunek D/d wynosił 1,62. Czas τ mieszania spadł jeszcze bardziej, a czas potrzebny do całkowitego rozwarstwienia emulsji wydłużył się w sposób istotny.

Z wartości podanych w tablicy parametrów cechujących elementy mieszadeł lub mieszadła, wynika że przy mniej więcej jednakowej powierzchni mieszadeł F (serie doświadczeń 1 i 6) objętość mieszadła liniowego wynosi niewiele więcej niż

jedną trzecią objętości tradycyjnego mieszadła turbinowego.

Dla mieszadła turbinowego powierzchnia jednostkowa F/Q wynosi 1,428, zaś dla mieszadła liniowego ponad dwu i półkrotnie więcej, mianowicie 3,95. Różnica staje się jeszcze bardziej widoczna, jeśli porówna się długości obu mieszadeł, to znaczna wartość ϵl .

Przy identycznej powierzchni mieszadeł (serie doświadczeń 1 i 6) wartość ϵl jest dla mieszadła liniowego dwunastokrotnie większa, zaś przy identycznej objętości mieszadeł (serie doświadczeń 1 i 8) dwudziestoośmiokrotnie większa niż dla mieszadła łopatkowego.

Skuteczność działania mieszadła według wynalazku określona jest stosunkiem $\epsilon l/V$ (gęstość długości całkowitej), tzn. stosunkiem sumy długości do objętości poddawanej mieszaniu. Ten stosunek przybiera w porównaniu ze znanymi mieszadłami wartości 10—50 krotnie większe.

Poza powyżej opisanymi doświadczeniami z emulgowaniem, podjęto liczne eksperymenty w celu wypróbowania możliwości zastosowania mieszadeł według wynalazku do intensyfikacji różnych procesów przenoszenia.

Badano na przykład wpływ mieszadła według wynalazku na zwiększenie intensywności ekstrakcji rozpuszczalników w przypadku nie mieszających się cieczy (przykl. III). Stwierdzono przy tym, że w wodnej ekstrakcji kwasu octowego, rozpuszczonego w wyższym alkoholu — zachowując jednakowe czasy mieszania i ilości obrotów — w przypadku użycia mieszadła wirowego pozostało w fazie organicznej pięćdziesiąt razy więcej kwasu octowego niż w przypadku użycia mieszadła liniowego.

Badano intensyfikację rozpraszania ciał stałych w cieczach (przykład II). Zachowując jednakowe czasy mieszania, jednakowe szybkości obrotowe i jednakowe średnice, rozpraszano bentonit w wodzie kolejno mieszadłem wirowym i liniowym. Zawiesina, wytworzona za pomocą mieszadła wirowego, zaczęła osadzać się po dwóch godzinach, natomiast wytworzona mieszadłem liniowym — po dwóch tygodniach.

W przypadku zastosowania mieszadła według wynalazku można nie tylko zwiększyć znacznie szybkość obwodową w stosunku do znanych mieszadeł lecz również można dowolnie ustalić stosunek D/d w granicach 1,2—3,5 oraz odległość mieszadła od dna zbiornika może być zmieniana w stosunkowo szerokim zakresie.

Z mieszadłami, opisanymi w tablicy w seriach doświadczeń 2 i 8, przeprowadzono dalsze eksperymenty z emulgowaniem, a mianowicie emulgowano 500 ml oleju z 500 ml wody, przy czym $h = 65$ mm, a więc wynosiła około 75% $H = 87$ mm, to znaczy, że mieszadło zanurzone było tylko w około 25% w cieczy. Mieszadło turbinowe w tych warunkach praktycznie nie emulgowало, zaś przy użyciu mieszadła liniowego według wynalazku wytworzono w ciągu 90 sekund emulsję, która rozwarstwiała się dopiero po 170 minutach.

W przypadku znanych mieszalników do osiągnięcia efektu mieszania jest konieczne, aby mieszadło sięgało do granicy faz, to znaczy do obszaru mieszania, liniowe mieszadło rotacyjne jest w stanie rozpraszać również wtedy, kiedy umieszczone jest powyżej obszaru mieszania (całkowita wysokość obu faz = H). To działanie uzyskuje się prawdopodobnie dlatego, że energia pochodząca z zewnętrznego źródła, przenoszona jest do rozpraszanego środowiska przez znajdującą się nad fazami warstwę gazu. W przypadku mieszalników ma to duże znaczenie ponieważ w ten sposób można zapobiec korozyjnemu wpływowi niektórych substancji, przy czym za nośnik energii służy gaz obojętny.

Znany jest fakt, że zmydlenie oleju roślinnego ługiem jest reakcją endotermiczną wymagającą czasu. W praktyce przemysłowej gotowanie mydła przeprowadza się w temperaturze 80—100°C w ciągu 5—6 godzin. Za pomocą mieszadła liniowego według wynalazku zemulgowano olej roślinny i ług sodowy w stosunku przyjętym przy gotowaniu mydła w temperaturze pokojowej; zawartość kwasów tłuszczowych w mieszaninie reakcyjnej spadła w ciągu dwóch godzin do 0,5% wagowego, co oznacza zakończenie procesu zmydlenia (przykład 10).

Eksperyment został powtórzony przy użyciu ogrzanych do 60°C przed zmieszaniem oleju roślinnego i ługu sodowego. Zawartość kwasów tłuszczowych w mieszaninie reakcyjnej spadła w ciągu pół godziny poniżej 0,5% wagowego.

Znane jest z węgierskiego opisu patentowego nr 146 818, jak również G.M. Schwab: Kataliza ciekłych metali, Dechema Monographien 38, 205 (1960), że chemiczne reakcje organiczne w fazie gazowej mogą być korzystnie przeprowadzone metodą przepuszczania reagentów przez stopiony metal (np. dekarbonylacja lub oksydacyjna dekarboksylacja

furfurołu, termiczne rozszczepienie pentanu parą wodną, wytwarzanie węglowodorów parafinowych, kraking węglowodorów itd.). W ciekłym metalu, którego ciepło właściwe jest o trzy rzędy wielkości większe niż dla gazów lub par, proces może być prowadzony w warunkach izotermicznych, a pęcherzyki gazu mieszaniny reakcyjnej zachowują się jak reaktory elementarne. Realizacja procesu utrudniona jest jednak przez to, że ciężar właściwy par jest o dwa rzędy wielkości mniejszy niż ciekłego metalu tak, że pary unoszą się w metalu szybko ku górze, przy czym pęcherzyki gazu łączą się w większe pęcherze.

Przy użyciu mieszadła według wynalazku pary reagentów zostają w stopionym metalu lub soli rozproszone w ten sposób, że powstające pęcherzyki są o rząd wielkości mniejsze; poza tym zapobiega się łączeniu pęcherzyków a stopiony metal jest, w wyniku dużej turbulencji, silnie mieszany. Intensywna turbulencja stopionego metalu jest szczególnie ważna w przypadku stopów metal-tlenek metalu, gdyż tlenek wykazuje skłonność do tworzenia warstwy na powierzchni (na przykład tlenek ołowiu), utrudniający wydostanie się par, które uległy już reakcji.

Przy zastosowaniu mieszadła liniowego według wynalazku zostaje skrócony czas trwania procesów, przebiegających w stopionym metalu a wydajność urządzenia wzrasta w sposób istotny.

Utlennianie w fazie gazowej przeprowadzane jest zazwyczaj w dwóch połączonych reaktorach, w których umieszczone są aktywne mieszadła liniowe, utrzymujące również obieg stopionego metalu między reaktorami. W pierwszym reaktorze część ciekłego metalu utlenia się przez rozproszenie w nim powietrza. W wyniku cyrkulacji tlenek metalu dociera do drugiego reaktora, gdzie oddaje tlen partnerowi reakcji, znajdującemu się w stanie pary i w ten sposób utlenia go. Następnie metal zwracany jest do pierwszego reaktora, gdzie jego część jest znowu utleniana (np. system ołów-tlenek ołowiu).

Działanie mieszadła biernego i aktywnego według wynalazku, przedstawiono w następujących przykładach.

Przykład I. W cylindrycznym pojemniku metalowym o objętości 2 litrów pracuje liniowe mieszadło rotacyjne o liczbie obrotów 2500 min^{-1} . Średnica mieszadła wynosi 330 mm, długość elementów liniowych W_a 125 mm, ich ilość 3500, ich grubość 0,8 mm. Powierzchnia obrotowa, do której elementy są przymocowane jednym końcem, ma 8740 cm^2 . Urządzenie ma dwa metalowe króćce napełniające i jeden spustowy. Króćce rurowe, służą do wprowadzania surowca, kierując wprowadzany surowiec równolegle do osi mieszadła na elementy mieszadła. Odprowadzany z naczynia reakcyjnego produkt wprowadza się do pojemnika o objętości 10 litrów, który zawiera 5 litrów wody o temperaturze 5°C.

Przez króciec napełniający, wprowadza się ogrzaną do 90°C, stopioną parafinę w ilości 200 g, podczas gdy przez króciec drugi dodaje się 800 g wody o temperaturze 90°C. Emulsja parafiny z wodą wydostaje się z urządzenia do pojemnika z zimną

wodą, w którym parafina krzepnie. W badaniu mikroskopowym zachowanej emulsji parafiny stwierdzono, że wielkość jej cząstek wynosi 0,5—1 μm .

Przykład II. W cylindrycznym aparacie o pojemności 5 litrów zainstalowano liniowe mieszadło rotacyjne (takie jak w przykładzie I) i za jego pomocą wytworzono zawiesinę 180 g bentonitu sodu w 3450 ml wody w temperaturze 60°C. Eksperyment powtórzono z mieszadłem wirowym, przy czym liczby obrotów (5000 min^{-1}) i czas mieszania (10 min) były w obu przypadkach takie same.

Obydwie w ten sposób otrzymane zawiesiny prze-lano do oddzielnych szklanych cylindrów i obserwowano ich osadzanie się. W przypadku zawiesiny wytworzonej mieszadłem wirowym, osadzanie rozpoczęło się po dwóch godzinach, a po dwóch dniach rozwarstwienie było całkowite.

W zawiesinie, wytworzonej mieszadłem liniowym, osadzanie rozpoczęło się dopiero po upływie dwóch tygodni.

Przykład III. Badanie ekstrakcji wodnej kwasu octowego z rozpuszczalnika organicznego, nie mieszającego się z wodą. Użyto laboratoryjnego silnika od mieszadła o liczbie obrotów 5000 min^{-1} , który raz został podłączony do mieszadła wirowego o średnicy 37 mm, a następnie do liniowego mieszadła rotacyjnego o porównywalnej średnicy. Długość elementów liniowych W_a wynosiła 14 mm, grubość — 0,2 mm, ilość — 10000.

W zlewce na 250 ml umieszczono 50 ml wody destylowanej i 50 ml roztworu, zawierającego na 100 g alkoholu n-oktylowego 5,2 g kwasu octowego. Za pomocą każdego z obu rodzajów mieszadeł mieszano fazy w ciągu 1 minuty. Następnie oddzielano fazę organiczną i oznaczano pozostałość kwasu octowego. Otrzymano, jako średnie z dziesięciu pomiarów, następujące wyniki: zawartość kwasu octowego w alkoholu oktylowym przed ekstrakcją — 5,2 g/100 g; po ekstrakcji za pomocą mieszadła wirowego — 0,548 g/100 g; po ekstrakcji za pomocą mieszadła liniowego — 0,010 g/100 g.

Z eksperymentalnych wartości liczbowych wynika, że przy zachowaniu jednakowego czasu mieszania mieszadło liniowe rozprasza pięćdziesięciokrotnie skuteczniej niż mieszadło tradycyjne.

Przykład IV. Doświadczenie dotyczące zwiększenia intensywności absorpcji gazu za pomocą mieszadła liniowego. 2,25 g siarki spalono w nadmiarze powietrza i badano absorpcję wytworzonego 4,5 g dwutlenku siarki w wodzie w temperaturze pokojowej.

W pierwszym doświadczeniu przepuszczono wytworzony gaz w formie pęcherzyków w ciągu 5 minut przez 800 ml wody.

W drugim doświadczeniu uruchomiono w szklanym cylindrze o średnicy 200 ml liniowe mieszadło rotacyjne, którego średnica wynosiła 190 mm, a liczba obrotów 3000 min^{-1} . Długość elementów W_a mieszadła wynosiła 50 mm, grubość 0,3 mm, ilość 10 000. Na elementy W_a mieszadła wprowadzono od góry 800 ml wody w przeciągu 5 minut i równocześnie wpuszczono do cylindra przeciwwądowny dwutlenek siarki.

W obu przypadkach zbadano zawartość wody w kwasie siarkowym. Dla pierwszego doświadczenia stwierdzono 1,393 g/800 ml wody, dla drugiego 2,88 g/800 ml wody. Przy przepuszczaniu dwutlenku siarki w formie pęcherzyków uległo absorpcji 24,3% całkowitej ilości, przy użyciu mieszadła liniowego — 50,1%.

Przykład V. Na podstawie wyników, otrzymanych przy absorpcji gazów, rozpoczęto badania dla stwierdzenia w jakim stopniu można zwiększyć zawartość powietrza w wodzie przy użyciu mieszadła liniowego. Problem ten ma duże znaczenie przy biologicznym oczyszczaniu ścieków.

Do doświadczeń użyto liniowego mieszadła o średnicy 360 mm, umocowanego na poziomej osi. Ilość przytwierdzonych do niego elementów liniowych wynosiła 1650, grubość 0,4 mm, długość 145 mm. W stanie spoczynku mieszadła elementy W_a zanurzone były w wodzie. Temperaturę wody utrzymywano za pomocą termostatu na poziomie 35°C. Temperatura powietrza wynosiła 20°C, względna wilgotność 59%. Mieszadło rozpraszało wodę w wyniku ruchu obrotowego i rozpylało ją w powietrzu. Na wysokości 130 mm nad lustrem wody pobierano próbki drobno rozpylonej w powietrzu wody w różnych odległościach od osi mieszadła (0,5; 0,8; 1,5; 2,0 m) i badano ich temperaturę i zawartość tlenu.

	Temperatura wody	Zawartość tlenu
na początku	35°C	4,2 ml/l
0,5 m od mieszadła	30°C	5,03 ml/l
0,8 m od mieszadła	27°C	5,53 ml/l
1,5 m od mieszadła	24°C	5,63 ml/l
2,0 m od mieszadła	21°C	6,06 ml/l

Przykład VI. W urządzeniu cyklonowym pracowało mieszadło liniowe o liczbie obrotów 2500 min^{-1} . Średnica mieszadła wynosiła 330 mm, długość elementów 125 mm, ich grubość 0,8 mm, ilość 24150. Poniżej mieszadła wprowadzono 5 m³ na minutę powietrza nasyconego pyłem cementowym. Powietrze wydostawało się przez górny otwór cyklonu. Pośrodku i równolegle do osi mieszadła wprowadzano poza tym 1 litr wody na minutę. Przy badaniu wydostającego się z urządzenia powietrza nie stwierdzono efektu Tyndalla, a więc powietrze nie zawierało pyłu.

Przykład VII. W urządzeniu o wysokości sześciu metrów, zamkniętym od góry, a u dołu ukształtowanym stożkowo, zainstalowano mieszadło liniowe o liczbie obrotów 2500 min^{-1} . Mieszadło miało średnicę 330 mm i zawierało elementy ze stali o grubości 0,8 mm i długości 125 mm, rozmieszczone z gęstością 4 sztuki na centymetr kwadratowy.

W zagniatarce typu Z zagnieciono pył grafitowy z gliną i wodą, otrzymując zawierającą grafit masę glinianą o zawartości wilgoci równej 21%. Masę tę wprowadzono za pomocą dozownika ślimakowego do wyżej opisanego urządzenia w kierunku poziomym w taki sposób, że masa dostawała się do wnętrza z prędkością 4 cm/s przez szczelinę o wymiarach 1×4 cm i była rozpylana na płaszczy wirującego mieszadła liniowego. Do

urządzenia wprowadzono powietrze, ogrzane do temperatury 100°C. Na pięciometrowym odcinku sedimentacyjnym rozpylona masa wysychała całkowicie. Pobrany z urządzenia grafitowany pył gliniany miał szczątkową zawartość wilgoci równą 0,3% a wielkość jego cząstek wynosiła 40 do 70 μm .

Przykład VIII. Użyto urządzenia podobnego do opisanego w przykładzie VII. Wysokość części stożkowej wynosi jedną trzecią wysokości całkowitej urządzenia, część ta posiada podwójne ściany i jest chłodzona wodą. W górnej części urządzenia umocowane jest centrycznie na pionowej osi mieszadło o liczbie obrotów 2500 min^{-1} . Mieszadło jest cylindryczne, od góry otwarte, perforowane i ma objętość 100 cm^3 . Jego tworząca wynosi 4 cm. W mieszadle wykonane są otwory; w co drugim otworze umocowany jest element liniowy W_a o grubości 1 mm i długości 160 mm. Na 1 cm^2 powierzchni obrotowej mieszadła znajdują się cztery elementy liniowe. Poniżej mieszadła wyprowadza się do górnej trzeciej części urządzenia gaz, np. azot lub tlen.

Do wydrążonego korpusu obrotowego mieszadła liniowego wprowadza się stopiony kadm metaliczny o temperaturze 340°C, który rozpylany jest w strumieniu gazu o temperaturze 450°C, w pierwszym doświadczeniu w strumieniu azotu, w drugim — tlenu. W górnej części fragmentu urządzenia, chłodzonego wodą, osadza się w przypadku użycia azotu kadm metaliczny w formie pyłu o wielkości cząstek mniejszej niż 1 μm . Przy użyciu tlenu otrzemuje się pył, zawierający kadm i tlenek kadmu. Stosunek ilości obu składników zależy od długości drogi sedimentacji, która może być zmieniana przez wybór miejsca wprowadzania gazu. W opisanych warunkach, przy długości drogi sedimentacji równej 1 m, pył zawiera 11,5% tlenku kadmu. Wytwarzane w ten sposób pyły z metalu i tlenku metalu w dowolnie dobranym stosunku mogą być użyte do wytwarzania elektrod akumulatorowych.

Przykład IX. Wiadomo, że stopień rozproszenia zawieszin, powstających podczas wypadania stałych produktów reakcji, wpływa w wysokim stopniu na czystość produktu końcowego. Osadzające się podczas wypadania w fazie stałej substancje mogą zawierać zanieczyszczenia w formie utrażeń i mogą być oczyszczone tylko przez wielokrotne przemylanie lub krystalizację. W ten sposób np. według węgierskiego opisu patentowego nr 159 044 wytwarza się N-izopropiło-2-chloro-acetanilid w reakcji N-izopropioloaniliny z kwasem monochloro-octowym w obecności tróchlorku fosforu. Powstały N-izopropiło-2-chloroacetanilid jest ciekły i krzepnie po wprowadzeniu go do zimnej wody. Produkt wprowadza się do naczynia, zawierającego wodę o temperaturze 5–10°C, z zainstalowanym tradycyjnym mieszadłem turbinowym. Substancja krzepnie, następnie przemylwana jest czterokrotnie poprzez zmianę wody i jej temperatura topnienia wynosi 68–72°C.

W cylindrycznym naczyniu o średnicy 560 mm i pojemności 200 litrów zostaje zainstalowane liniowo mieszadło rotacyjne. Wydrążony cylinder mieszadła ma wysokość 50 mm i średnicę 100 mm.

W jego powierzchni wykonane są otwory o średnicy 3 mm, na 16 segmentach po 4, razem 64 otwory. Pomiedzy otworami przymocowane są 2880 elementy liniowe W_a , wykonane ze stalowego drutu o grubości 0,4 mm, przymocowane z jednego końca. Elementy mają długość 100 mm. Mieszadło obraca się na powierzchni wody, znajdującej się w aparacie (150 litrów, temperatura 5°C) z szybkością obrotową 3000 min^{-1} . Ciekły produkt reakcji o temperaturze 90°C wprowadzano w sposób ciągły do wydrążonej głowicy mieszadła. Wytrącony N-izopropiło-2-chloroacetanilid odsączono i wysuszono. Produkt był drobnokrystaliczny i bez przemylwania miał temperaturę topnienia 76–78°C.

Przykład X. W cylindrycznym urządzeniu o wysokości 250 mm, ukształtowanym w dolnej części stożkowo, zainstalowano na pionowej osi mieszadło rotacyjne o liczbie obrotów 3500 min^{-1} . Elementy liniowe W_a mieszadła mają 0,5 mm grubości i 90 mm długości. Na elementy mieszadła wprowadzano na minutę 1000 g oleju jadalnego i 532 ml 7 n ługu sodowego; otrzymano emulsję o wysokim stopniu rozproszenia, o średnicy cząstek 0,5–1 μm , którą odciągano z dna urządzenia.

W pierwszej serii doświadczeń — substancje wyjściowe miały temperaturę 25°C, w drugiej ogrzano je uprzednio do 60°C. Co piętnaście minut pobierano próbki wytworzonej emulsji, w których oznaczano analitycznie zawartość wolnych kwasów olejowych, czyli część nie zmydloną. W przypadku emulsji, wytwarzanej w temperaturze pokojowej, zawartość wolnych kwasów olejowych spadała w ciągu dwóch godzin do wartości poniżej 0,5, podczas gdy w przypadku emulgowania ogrzanych do 60°C substancji wyjściowych miało to miejsce już w ciągu pół godziny.

Przykład XI. W urządzeniu o wysokości 800 mm, w dolnej części ukształtowanym stożkowo, o górnej średnicy równej 200 mm, umocowano cylinder o średnicy 200 mm i grubości ścianek 11 mm, na którego płaszczu (o wysokości 250 mm) wywiercono dwa otwory o średnicy 0,1 mm na każdej 1 cm^2 . Cylinder obracał się z szybkością 2500 min^{-1} na pustej w środku osi. Do urządzenia dodawano 1230 ml kwasu dodecylobenzenosulfonowego na minutę, podczas gdy do wirującego cylindra wprowadzono amoniak pod ciśnieniem 20 atm z szybkością 7140 ml/minutę. Gaz wydostał się z cylindra przez otwory w formie gazowych mieszadeł liniowych W_a . Z urządzenia odbierano na dole 1600 ml na minutę dodecylobenzenosulfonianu amonowego.

Przykład XII. W węgierskim opisie patentowym nr 146 818 przedstawiono cieplne rozszczepienie benzyn parą wodną przy użyciu łaźni ołowianej.

W ogrzewanym elektrycznie reaktorze o średnicy 95 mm znajduje się 41,7 kg stopionego ołowiu. Objętość stopionego metalu wynosi 3674 cm^3 , jego powierzchnia 61,2 cm^2 . Mieszaninę par składników reakcji wprowadza się 500 mm pod powierzchnię ołowiu. Mieszaninę wytwarza się przez odparowanie 60 ml benzyny i 60 ml wody na godzinę. Temperatura ciekłego metalu wynosi 700°C. Powstaje 50 litrów na godzinę gazu o wartości opałowej

9776 kcal/m³ o następującym składzie: 0,1% azotu, 12,5% wodoru, 48,0% metanu, 0,4% tlenu, 15,6% tlenku węgla, 1,6% dwutlenku węgla, 21,8% niższych nienasyconych węglowodorów.

Taką samą reakcję przeprowadzono w urządzeniu, składającym się z dwóch cylindrycznych korpusów. Średnica górnej części wynosiła 95 mm, dolnej 250 mm. W dolnej części znajdowało się mieszadło o średnicy 200 mm, na którym przymocowano 700 elementów liniowych o długości wynoszącej 80 mm i grubości 2 mm. Pary wody i benzyny wprowadzano poniżej mieszadła, wirującego z szybkością 2500 min⁻¹.

Wprowadzono mieszaninę 850 ml par benzyny i 850 ml par wody na godzinę, a z ciekłego metalu o temperaturze 700°C wydostawało się na godzinę 700 litrów mieszaniny gazów, której wartość opałowa wynosiła 11 785 kcal/m³. Skład: 1,0% azotu, 0,7% wodoru, 46,3% metanu, 0,6% tlenu, 6,8% tlenku węgla, 2,2% dwutlenku węgla, 34,4% niższych nienasyconych węglowodorów.

Przykład XIII. W podobny sposób jak opisano w przykładzie XII przekształcano w łaźni ołowianej furfural w furan w reakcji z powietrzem i parą wodną, w jednym przypadku przepuszczając pary, w drugim — używając rotacyjnego mieszadła liniowego. Temperatura łaźni ołowianej wynosiła 320°C. Szybkość wprowadzanych substancji wynosiła:

Przy przepuszczaniu: furfural 70 ml/godzinę, powietrze 75 ml/godzinę i woda 20 ml/godzinę. Otrzymano 50 ml furanu na godzinę.

Przy zastosowaniu mieszadła: furfural 700 ml/godzinę, powietrze 750 ml/godzinę, woda 200 ml/godzinę. Otrzymano 500 ml furanu na godzinę. Ilości ołowiu, użytego w przykładach XII i XIII były jednakowe.

Zastrzeżenia patentowe

1. Mieszadło do intensyfikacji procesów przeniesienia, **znamiennie tym**, że bierne lub aktywne mie-

szadło zawiera elementy jednowymiarowe, liniowe (W) w stosunku do intensyfikowanej przestrzeni.

2. Mieszadło według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że jest złożone z elementów obojętnych w stosunku do faz, o wielkości cząstek 1—1000 μm i jest przystosowane do homogenicznego lub heterogenicznego rozkładu wielkości cząstek.

3. Mieszadło według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że jest złożone z prostych lub spiralnych, lub inaczej uformowanych elementów liniowych tej samej lub różnej długości od 10 do 5000 μm i stosunku grubość: długość = 1:5 do 1:5000.

4. Mieszadło, według zastrz. 3, **znamiennie tym**, że mieszadło bierne jest złożone ze stałych, elastycznych elementów liniowych o tej samej lub różnej długości o stosunku grubość: długość wynoszącym 1:5 do 1:100, zaś jego objętość całkowita (Q) wynosi co najmniej 0,01% objętości faz, lub najwyżej 20% tej objętości, przy czym elementy w cieczy mogą się swobodnie poruszać, obracać i drgać.

5. Mieszadło, według zastrz. 3, **znamiennie tym**, że elementy liniowe (W_a) mieszadła aktywnego są przymocowane z jednej lub z obu stron do powierzchni (J), która jest przystosowana do wykonywania ponad fazami lub w nich, ruchu prostoliniowego, rotacyjnego, przemiennego lub drgającego, lub ruchu wzdłuż dowolnie zakrzywionego toru.

6. Mieszadło, według zastrz. 5, **znamiennie tym**, że elementy liniowe w jednym lub w kilku punktach są przymocowane do powierzchni (J) w takiej odległości od siebie, która odpowiada co najmniej dwukrotnej a najwyżej 50-krotnej ich grubości (c), a pozostała część elementu może swobodnie zginać się i poruszać.

7. Mieszadło, według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że jest złożone z elementów liniowych (W_a), poprzez które gazy lub ciecze wydostają się pod ciśnieniem 1—50 at przez otwory o średnicy 5—2000 μm w powierzchni, stojącej lub obracającej się w intensyfikowanej przestrzeni.

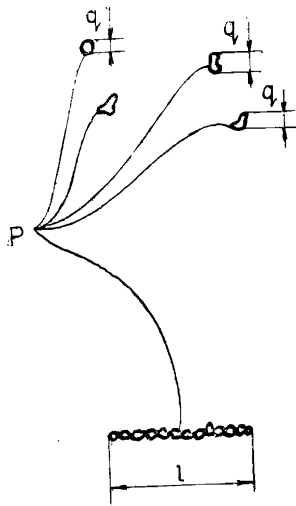


Fig. 1a

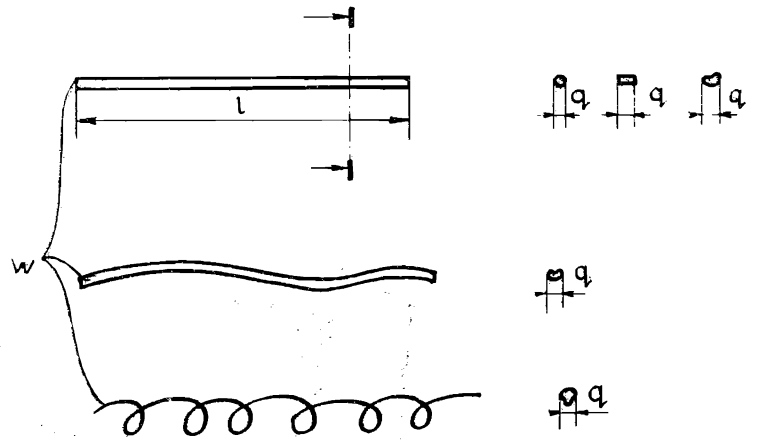


Fig. 1b

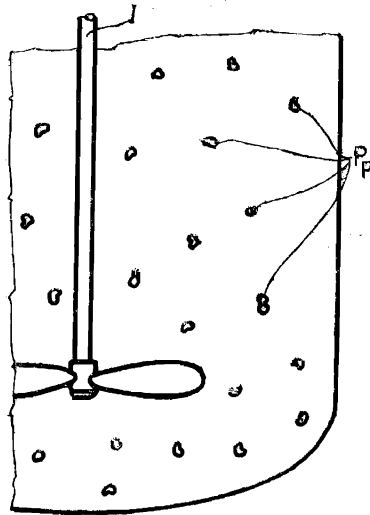


Fig. 2

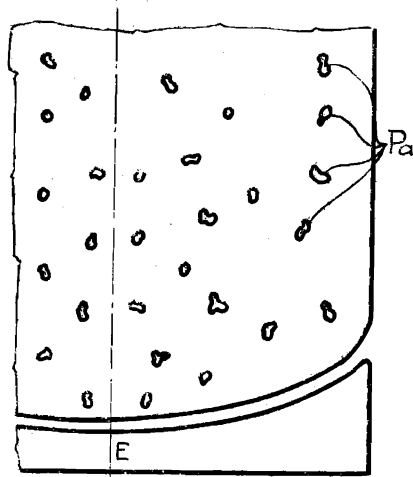


Fig. 3

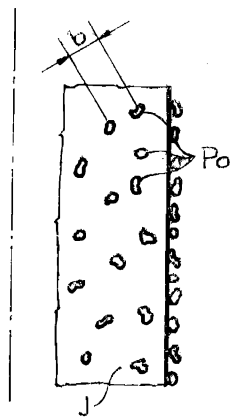


Fig. 4

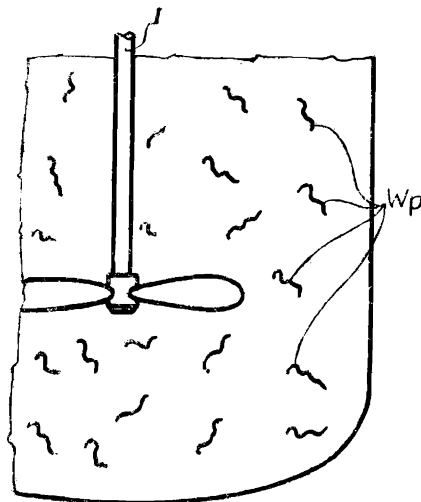


Fig. 5

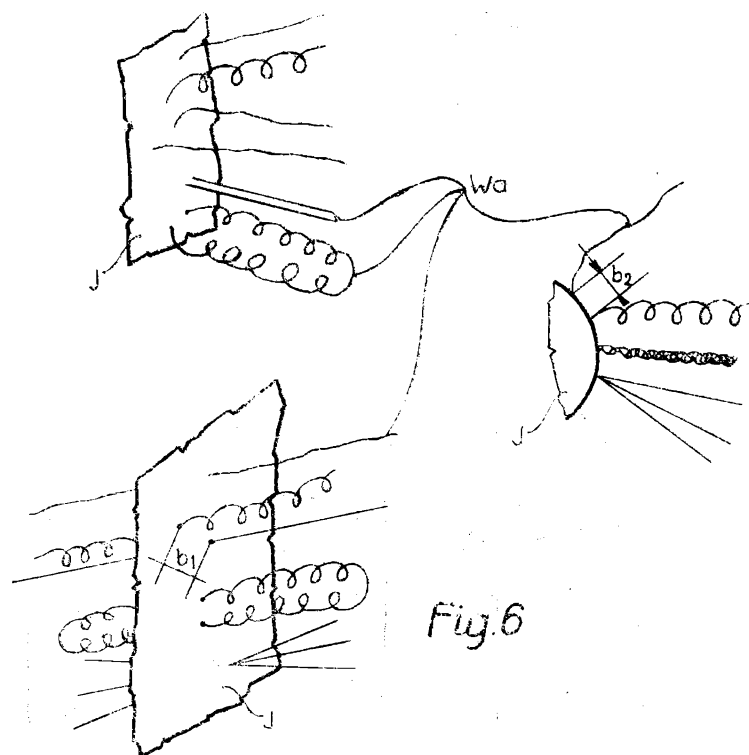


Fig. 6

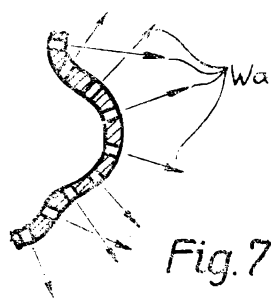
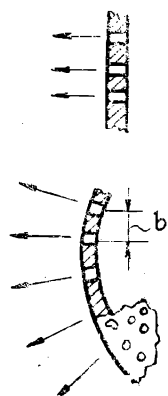


Fig. 7