



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230901 ✓

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 08 J 11/04

(22) Přihlášeno 28 09 77
(21) (PV 6271-77)

(45) Vydáno 15 06 86

(75)
Autor vynálezu

HEYBERGER ALEŠ ing., PRAHA, VYORAL LEOPOLD ing., KRALUPY nad Vltavou,
HORÁČEK JAN RNDr., PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing., PRAHA, NOVOTNÝ
MILOSLAV ing., CHÚPIK LUBOMÍR ing., KRALUPY nad Vltavou (ČSSR),
ANTONOVÁ ELISABETH ing., SCHKOPAU, SCHULZ HANZ PETER, COMEL MATHIUS dr.,
GÖTZ REINER dr., HALLE (NDR)

(54) Způsob čištění kapalných polymerů kontinuální extrakcí vodorozpustných složek z roztoků polymerů

Vynález se vztahuje k čištění kapalných polymerů kontinuální extrakcí chloridu lithného, hydroxidu lithného, ethylenoxidu a tetrahydrofuranu z roztoku polymerů vodou za současného působení vibrací.

Způsob podle vynálezu umožňuje velmi účinně a efektivně oddělit organické vodorozpustné složky z roztoků polymerů a současně provést dokonalé odsolení roztoku v jednom aparátu.

Vynález se týká čištění kapalných polymerů kontinuální extrakcí chloridu litného, hydroxidu litného, etylenoxidu a tetrahydrofuranu z roztoků polymerů vodou za současného působení vibrací.

Při některých technologických postupech na výrobu syntetických kaučuků je třeba odstranit z roztoků polymeru vodorozpustné složky organického i anorganického původu. Chlorid litný a hydroxid litný obsažené v roztoku polymeru jsou zbytky iniciátoru a jejich přítomnost v polymeru je nežádoucí. Proces vypírání zbytků iniciátoru z polymerních roztoků nebyl dosud řešen jako kontinuální proces se zaměřením na výrobní měřítko. Nebyl dosud rovněž popsán ve veřejně přístupných informačních zdrojích nebo realizován ve výrobním měřítku.

Pro odborníky pracující v oblasti izolace polymerů z roztoků ve směsných rozpouštědlech a v oblasti regenerace těchto rozpouštědel bylo překvapující zjištění, že lze velmi účinně a efektivně oddělit organické vodorozpustné složky z roztoků polymerů a současně provést dokonalé odsolení roztoku v jednom aparátu. Velmi kladně je hodnocena skutečnost, že vhodnou volbou amplitudy a frekvence pater v extraktoru lze zabránit vzniku trvalých emulzí.

Současného odstranění chloridu litného, hydroxidu litného, etylenoxidu a tetrahydrofuranu z roztoků polymerů lze dosáhnout způsobem podle tohoto vynálezu. Dle vynálezu se čištění kapalných polymerů kontinuální extrakcí chloridu litného, hydroxidu litného, etylenoxidu a tetrahydrofuranu provádí protiproudou extrakcí tak, že se extrakce provádí vodou při teplotě nejméně o 20° nižší, než je bod varu původního roztoku polymeru, při průtokovém poměru roztoku polymeru a vody 1 : 1,5 až 4,5, při koncentraci polymeru v roztoku 10 až 30 % hmot., přičemž se roztok polymeru a voda uvádějí do styku působením vibrací.

Jednou z výhod navrhovaného způsobu je, že se jím dosahuje vysoké rychlosti extrakčního pochodu, přičemž se odstranění organických i anorganických složek z roztoku polymeru provede najednou. Při použití vody jako extrakčního činidla se získá roztok chloridu litného nebo hydroxidu litného, etylenoxidu a tetrahydrofuranu, který obsahuje jen stopy organických rozpouštědel a z něhož lze snadno odstranit etylenoxid a tetrahydrofuran destilací za normálního tlaku.

Požadované rychlosti extrakce se dosahuje podle vynálezu uplatněním vibračního pohybu při protiproudém uspořádání toku obou kapalin. Vhodný vibrační pohyb i vhodné uspořádání toku obou kapalin lze dosáhnout např. ve známém kontaktoru pro dvě tekuté fáze podle čs. patentů č. 106 316, 132 022, 139 895 a čs. autorského osvědčení č. 156 164.

Ve zvláštním případě se vzájemný protiproudý tok kapalin uskutečňuje působením tíže tak, že voda klesá, zatímco roztok polymeru stoupá, přičemž se s výhodou roztok polymeru rozptyluje ve formě kapek. Vibrace obou kapalin se uskutečňuje periodickým pohybem kapalin vůči tuhým stěnám. Přičemž se rozumí, že se mohou periodicky pohybovat buď kapaliny, zatímco tuhé stěny jsou nehybné, nebo mohou jak kapaliny, tak stěny konat periodický pohyb.

Podle vynálezu jsou obě kapaliny vedeny vzájemně protiproudě a jsou uváděny pomocí vibrací do těsného styku a intenzivní turbulence. Tyto podmínky zajišťují vysokou rychlost difúze vodorozpustných složek z roztoku polymeru do vody.

Při poměru hmotových průtoků obou kapalin v mezích podle vynálezu je množství vody dostatečné, aby došlo ke snížení obsahu etylenoxidu v roztoku polymeru pod 1 ppm, ke snížení obsahu chloridu litného pod 100 ppm a tetrahydrofuranu pod 1 % hmot.

Účinnost extrakce vzhledem ke každé z extrahovaných složek není zvlášť ovlivněna přítomností složky druhé. Teplota extrakce musí být dostatečně nízká, aby nedocházelo při uplatnění vibrací ke kavitaci.

Zvláště vysoké rychlosti extrakce je možno dosáhnout, postupují-li obě kapaliny proti sobě ve svislém směru působením tíže, přičemž je roztok polymeru rozptýlen ve formě kapek za pomoci vibrací. Vibračním pohybem lze dosáhnout vytvoření velké plochy styku obou kapalin a současně vysoké turbulence proudění, aniž by byl vážně narušen vzájemný protiproudý tok. K tomu přispívá zejména okolnost, že vibracemi lze získat kapky rovnoměrné velikosti prosté jemných frakcí, které jsou příčinou únosu. Při rozptylování a turbulizaci vibracemi je rozhodující pohyb kapalin vůči stěnám. Ten vznikne buď tím, že jsou stěny nehybné, ale na postupný pohyb kapaliny je superponován pohyb periodický, nebo se pohybují periodicky tuhé stěny, které potom ovšem udělají i kapalinám ve svém okolí periodickou složku pohybu.

Způsob podle vynálezu je znázorněn následujícími příklady.

P ř í k l a d 1

Do extraktoru s vibrujícími patry se souhlasným pohybem pater o vnitřním průměru pracovní části 4,8 cm a její výšce 420 cm bylo protiproudě přiváděno 21,2 kg/h roztoku polymeru, obsahujícího 10,8 % hmot. polymeru, 0,60 % hmot. etylenoxidu, 7,3 % hmot. tetrahydrofuranu, 26,6 % hmot. toluenu, 55,3 % hmot. n-hexanu a 650 ppm chloridu litného a 58,3 kg/h vody. Teplota kapalin byla 25 °C. Extraktor obsahoval 41 nerezových pater s malými otvory o průměru 2,0 mm a celkové ploše 7,9 % plochy patry s dvěma kruhovými průchody pro spojitou fázi o průměru 11,5 mm a celkové ploše 14,6 % plochy patra.

Na výstupu z extraktoru bylo dosaženo koncentrací etylenoxidu ve směsi uhlovodíků nižší než 1 ppm, tetrahydrofuranu nižší než 1 % hmot. a chloridu litného méně než 5 ppm. Měrný průtok obou kapalin extraktorem, tj. součet obou objemových průtoků dělený průřezem pracovní části extraktoru byl 50,0 m³/h, střední doba prodlení roztoku polymeru v extraktoru byla 180 s.

P ř í k l a d 2

Do vibračního extraktoru stejné konstrukce jako v příkladu 1 bylo protiproudě přiváděno 21,3 kg/h roztoku polymeru obsahujícího 33,0 % hmot. polymeru, 0,63 % hmot. etylenoxidu, 5,3 % hmot. tetrahydrofuranu, 42,0 % hmot. n-hexanu, 20,0 % hmot. toluenu, 650 ppm chloridu litného a 63,7 kg/h vody.

Na výstupu z extraktoru bylo dosaženo v roztoku polymeru koncentrace etylenoxidu 25 ppm, tetrahydrofuranu 1,70 % hmot. a chloridu litného pod 5 ppm. Měrný průtok obou kapalin extraktorem byl 50,0 m/h. Střední doba prodlení roztoku polymeru v extraktoru byla 180 s.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob čištění kapalných polymerů kontinuální extrakcí chloridu litného, anebo hydroxidu litného, anebo tetrahydrofuranu z roztoků polymerů ve směsi alifatických a aromatických uhlovodíků, vyznačený tím, že se extrakce provádí vodou při teplotě nejméně o 20 % nižší, než je teplota varu původní směsi uhlovodíků, průtokovém poměru roztoku polymeru a vody 1 : 1,5 až 1 : 4, přičemž se roztok polymeru a voda uvádějí do intenzivního styku působením vibrací.