



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201 973
(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 09 04 79
(21) PV 2394 - 79

(51) Int. Cl.³ C 08 F 6/10

(40) Zverejnené 31 03 80
(45) Vydané 31 01 83

(75)

Autor vynálezu ŠIŠMIŠ LUDOVÍT ing.,
VANKO MILAN ing. CSc. a
SAKÁLOŠOVÁ ALŽBETA ing., PRIEVIDZA

(54) Spôsob a zariadenie na odstraňovanie monoméru z vodných disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu

Vynález sa týka odstraňovania monoméru z vodných disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pomocou pary a/alebo horúceho inertného plynu. Vlastný proces odstraňovania monoméru sa uskutočňuje tak, že vodná disperzia predohriata na teplotu 55 °C až 100 °C, sa privádza do zmiešavača, do ktorého sa súčasne privádza priama para rýchlosťou 200 až 350 m/s a vodná disperzia rýchlosťou zodpovedajúcou zdržnej dobe v difúzore, včítane difúzneho hrdla 0,5 až 15 s, počítanou z objemového prietoku čerstvej disperzie, pričom s parou dokonale premiešaná zmes po odlúčení plynnej fázy sa ďalej spracováva kaskádovitým spôsobom alebo viacnásobným opakovaním s prípadnou recirkuláciou.

Vynález sa týka odstraňovania monoméru z vodných disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pomocou pary a/alebo horúceho inertného plynu.

Obsah monomérov, hlavne vinylchloridu v polyméroch a kopolyméroch vinylchloridu, má byť čo najnižší jednak z hľadiska dosiahnutia maximálnej kvality vyrábaných produktov a jednak z dôvodov ekologických a zdravotných, najmä pri výrobe polymérov určených na používanie v potravinárstve. Množstvo nezreagovaného vinylchloridu v polymére sa bežne pohybuje od 0,1 až do 3 %. Toto množstvo treba radikálne znížiť tak, aby konečný produkt obsahoval 1 až 10 ppm vinylchloridu, prípadne pri použití v potravinárstve najviac 1 ppm. Tieto prísne požiadavky sa stanovili v posledných rokoch, keď sa ukázalo, že toxické vlastnosti vinylchloridu sú omnoho horšie a nebezpečnejšie, ako sa predpokladalo. Nezreagovaný monomér sa zo suspenzií alebo emulzií polyvinylchloridu odstraňuje obyčajne pomocou priamej vodnej pary alebo horúceho inertného plynu. Stripovanie monoméru z vodných disperzií polyvinylchloridu je pomerne podrobne popísané v *Chemical Engineering Process*, vol. 71, No. 9, 54 - 62 1975 v ktorom je diskutovaný najmä vplyv teploty, tlaku a vlastností polyméru na rýchlosť a účinnosť stripovania monoméru podľa laboratórnych meraní.

Na stripovanie monoméru z homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pomocou priamej pary sa používajú rozličné spôsoby a zariadenia, ktoré okrem výhod, obyčajne špecifických, majú aj mnohé nevýhody, ktoré znemožňujú ich efektívne využitie pri výrobe širokej škály polymérnych produktov.

Účinné odplynenie zvyškov nezreagovaného monoméru sa môže uskutočniť napr. v etážových kolónach, ktoré pri správnom konštrukčnom vyriešení dosahujú vysokú desorpčnú mohutnosť i v oblasti veľmi nízkych koncentrácií monoméru v polymére. Takéto spôsoby a zariadenia sú predmetom napr. čs. autorského osvedčenia č. 196 386 a vynálezov DOS 2 550 023, DOS 2 552 683 a USA pat. 3 454 542, v ktorých sa chránia rôzne prevádzkové parametre a konštrukčné prvky etážovej kolóny. Ich nevýhodou je napr. vysoké penenie, najmä pri vyššom zaťažení kolóny a pri nízkych hodnotách povrochového napätia a usadzovanie tuhých častíc polyméru v "hluchých" miestach etáže, čo nepriaznivo vplýva na prevádzkovú stabilitu a na účinnosť desorpcie.

Podľa DOS 2 546 265 monomér sa môže odplynúť v nádobe za intenzívneho miešania miešadlom a vysokou recirkuláciou. Rýchlosť odplynenia sa zvyšuje za vákua, ale aj tak hlavnou nevýhodou tohto spôsobu je dlhá doba odplyňovania a vyplývajúce zhoršenie kvality polyméru.

Lepšieho výsledku sa dosiahne stripovaním monoméru priamou parou v cyklóne alebo v špeciálnych rozprašovacích zariadeniach, ktoré napr. podľa DOS 2 435 704 môžu byť rotačného typu, umiestnené v stojacej valcovej nádobe. Rozprašovací rýchlosť disperzie s parou vo výústení dýzy má byť v rozmedzí 5 až 250 m/s. Podľa DOS 2 440 957 sa odplyňuje

pomocou jednej dýzy rýchlosťou prúdenia zmesi 1 až 20 m/s pri hmotnostnom pomere pary ku disperzii 1 : 5 až 1 : 100 a kontaktnom čase v odplynovacej nádobe 2 minúty až 4 hodiny. Pomerná zložitost' a poruchovosť najmä rotačných rozprašovačov a vysoká doba kontaktu sú hlavnými nevýhodami týchto spôsobov a zariadení odplynovania disperzií polyvinylchloridu.

Podľa tohto vynálezu uskutočňuje sa spôsob odstraňovania monoméru z vodných disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pomocou pary a/alebo horúceho inertného plynu tak, že vodná disperzia predohriata na teplotu 55 °C až 100 °C, s výhodou 80 °C až 95 °C, sa privádza do zmiešavača, do ktorého sa súčasne privádza priama para rýchlosťou 200 až 350 m/s a vodná disperzia rýchlosťou, odpovedajúcou zdržnej dobe v difúzore, včítane difúzneho hrdla 0,5 až 15 s, s výhodou v rozmedzí 1 až 5 s, počítanou z objemového prietoku čerstvej disperzie, pričom s parou dokonale premiešaná zmes po odlúčení plynnej fázy sa ďalej spracováva kaskádovitým spôsobom alebo viacnásobným opakovaním s prípadnou recirkuláciou.

Zariadenie na odstraňovanie monoméru z vodných disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pozostáva z prírodného potrubia čerstvej disperzie spojeného so zmiešavačom, do ktorého je súčasne napojené prírodné potrubie pary a prírodné potrubie s recirkulujúcou disperziou pomocou recirkulačného čerpadla, pričom zmiešavač je opatrený difúzorom, vyúsťujúcim do oddeľovača fáz opatreného odplynovacím potrubím a potrubím na odtahovanie odplynenej disperzie a zmiešavač je charakterizovaný tým, že prívod pary ústi tryskou dýzového tvaru do hrdla difúzora a rovná časť difúzora je skonštruovaná s pomerom jej dĺžky k jej priemeru v rozmedzí 15 až 100 : 1 a rozširujúca sa časť difúzora k rovnnej časti je v pomere 0,5 až 0,05 : 1.

Základná schéma zariadenia na uskutočnenie popísaného spôsobu je znázornená na obr.

1.

Prírodné potrubie čerstvej disperzie 1 je spojené so zmiešavačom 4, do ktorého je súčasne napojené prírodné potrubie pary 2 a prírodné potrubie 3 s recirkulujúcou disperziou pomocou cirkulačného čerpadla 2, pričom zmiešavač 4 je opatrený difúzorom 5, vyúsťujúcim do valcovitej nádoby 6, opatrenej odplynovacím potrubím 7 a potrubím 8 na odtahovanie odplynenej disperzie.

Schéma zmiešavača vhodného na jednorázové odplynenie je znázornená na obr. 2.

Para je privádzaná do zmiešavača potrubím 10 a čerstvá suspenzia sa privádza do zmiešavacej komory 12 potrubím 11. Prírodné potrubie pary 2 je ukončené tryskou 13, smerujúcou do difúzneho hrdla 14 difúzora 15.

Intenzívnym zmiešaním suspenzie a pary v popísanom zariadení sa dosiahne radikálneho zníženia obsahu monoméru už pri jednorázovom prechode týmto zariadením. Pokles obsahu monoméru už pri jednorázovom prechode pri veľmi malej kontaktnej dobe suspenzie s horúcou parou je neobvyklý jav, teoreticky nezdôvodnený. Veľmi vysokú účinnosť môžeme pripísať dokonalému rozptýleniu pary v suspenzii a intenzívnemu pre-

miešavaníu heterogénnej zmesi pri prechode hrdlom difúzora a samotným difúzorom. Veľmi vysoká účinnosť je však výsledkom komplexného vplyvu hydraulických a konštrukčných zvláštností zariadenia.

Počiatočná násaď suspenzie sa najprv zbavuje monoméru cirkuláciou cez zmiešavač disperzie a pary s postupne zvyšujúcou sa teplotou do výšky 70 °C pri absolútnom tlaku 0,02 až 0,05 MPa a dokončenie demonomerizácie sa uskutoční uvedeným postupom.

Ďalej uvádzame príklady použitia s charakteristikou dôležitých konštrukčných prvkov zariadenia. Uvedené príklady sú ilustratívne a nemôžu vystihovať všetky úspešné varianty postupu a konštrukcie zariadenia.

Príklad 1

Čerstvá suspenzia, obsahujúca 31 200 ppm nezreagovaného vinylchloridu, sa odplyňuje na zariadení schématicky znázornenom na obr. 1. Obsah zásobníka je 5 m³ a výkon cirkulačného čerpadla je 400 l/min. Čerstvá suspenzia sa privádza rýchlosťou 2 m³/h. Privod pary do zmiešavača je ukončený tryskou o priemere 7 mm. Difúzne hrdlo difúzora o priemere 25 mm má dĺžku 1 200 mm. Spracovaná suspenzia polyvinylchloridu je stredne porézneho typu a pred vstupom do zmiešavača sa najprv predohrieva priamou parou na teplotu 90 °C. Cirkulačné čerpadlo nie je zapojené. Obsah nezreagovaného monoméru po jednorázovom prechode difúzorom a následným ochladením odplynenej suspenzie na 60 °C poklesol po 1,5 hodinovom chode na priemernú hodnotu 374 ppm.

Príklad 2

Postup podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že vstupná tryska pary do zmiešavacej kolóny je priemeru 5 mm a dýzového tvaru. Obsah monoméru za rovnakých podmienok a po rovnakom chode ako v príklade 1, poklesol na priemernú hodnotu 151 ppm.

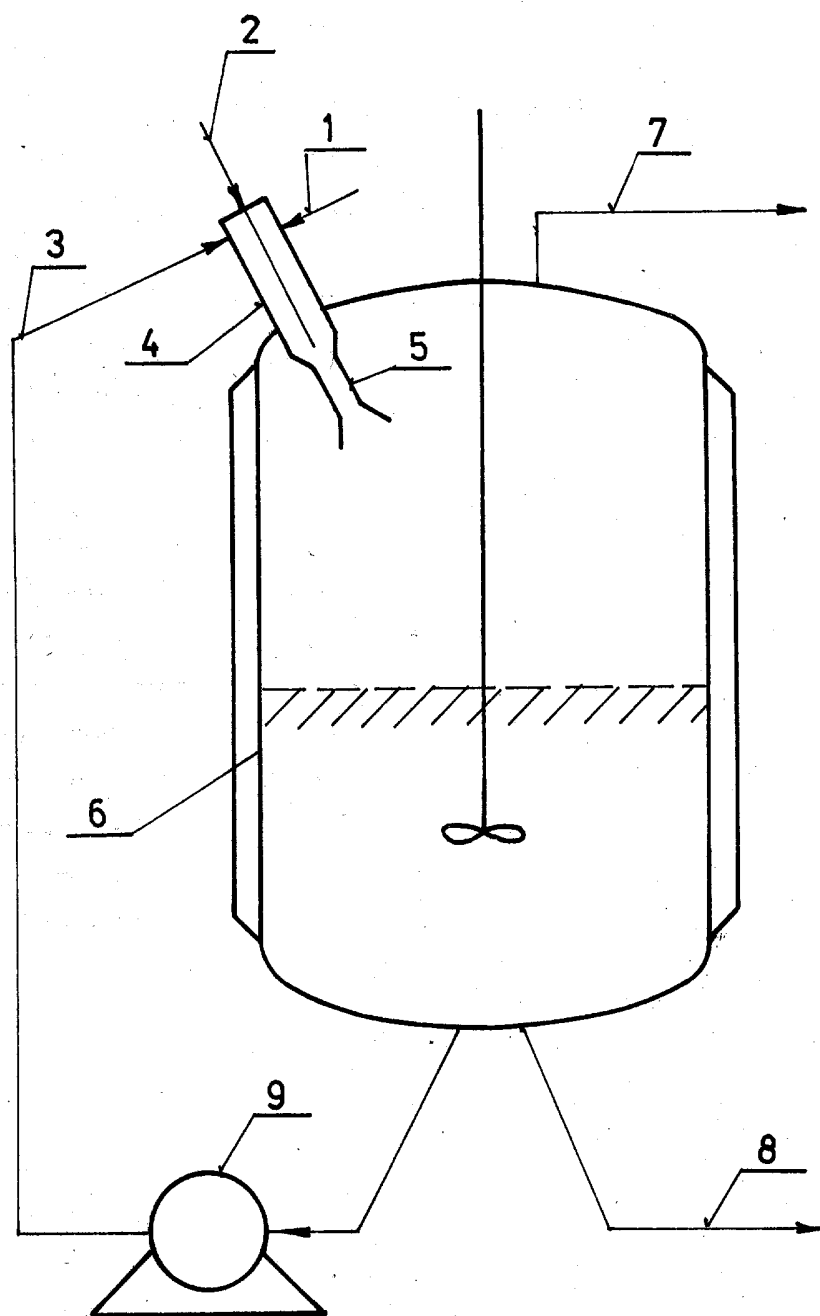
Príklad 3

Postup podľa príkladu 1 a za rovnakých podmienok s tým rozdielom, že dĺžka difúzneho hrdla je 350 mm. Obsah monoméru po jednorázovom prechode poklesol na priemernú hodnotu 2 300 ppm.

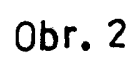
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob odstraňovania monoméru z vodných disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pomocou pary a/alebo horúceho inertného plynu, vyznačujúci sa tým, že vodná disperzia predohriata na teplotu 55°C až 100°C , s výhodou 80°C až 95°C sa privádza do zmiešavača, do ktorého sa súčasne privádza priama para rýchlosťou 200 až 350 m/s a vodná disperzia rýchlosťou, zodpovedajúcou zdržnej dobe v difúzore, včítane difúzneho hrdla 0,5 až 15 s, s výhodou v rozmedzí 1 až 5 s., počítanou z objemového prietoku čerstvej disperzie, pričom s parou dokonale premiešaná zmes po odlúčení plynnej fázy sa ďalej spracováva kaskádovitým spôsobom alebo viacnásobným opakovaním s prípadnou recirkuláciou.

2. Zariadenie na prevádzkanie spôsobu podľa bodu 1 a 2, vyznačujúce sa tým, že prírodné potrubie čerstvej disperzie /1/ je spojené so zmiešavačom /4/, do ktorého je súčasne napojené prírodné potrubie pary /2/ a prírodné potrubie /3/ s recirkulujúcou disperziou pomocou cirkulačného čerpadla /9/, pričom zmiešavač /4/ je opatrený difúzorom /5/, vyúsťujúcim do oddelovača fáz, opatreného odplynovacím potrubím /7/ a potrubím /8/ na odťahovanie odplynenej disperzie, pričom zmiešavač /4/ je charakterizovaný tým, že prívod pary ústi tryskou dýzového tvaru do hrdla difúzora /5/, pričom rovná časť difúzora /5/ je skonštruovaná s pomerom jej dĺžky k jej priemeru v rozmedzí 15 až 100 : 1 a rozširujúca sa časť difúzora k rovnej časti je v pomere 0,5 až 0,05 : 1.



Obr. 1

[illegible]