

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 556 610

②1 N° d'enregistrement national : **84 19048**

⑤1 Int Cl⁴ : B 01 F 7/18, 3/12; B 29 B 7/10 // C 08 F 8/00;
B 29 K 33:00.

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 13 décembre 1984.

③0 Priorité : JP, 16 décembre 1983, n° 237697/1983.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 25 du 21 juin 1985.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société dite : NITTO KAGAKU KOGYO
KABUSHIKI KAISHA et Société dite : MITSUBISHI
RAYON COMPANY LIMITED. — JP.

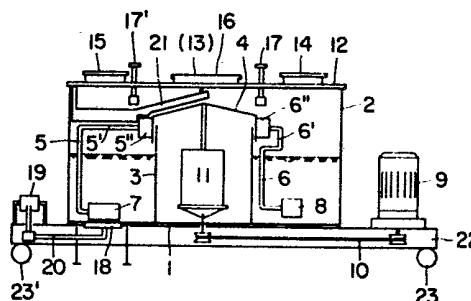
⑦2 Inventeur(s) : Iwao Ohshima, Takeshi Narita, Ryoji
Handa et Jun Hosoda.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Armengaud Jeune, Casanova et
Lepeudry.

⑤4 Appareil pour agiter des particules d'hydrogels de matières polymères solubles dans l'eau.

⑤7 Appareil pour agiter des particules d'hydrogels de poly-
mères hydrosolubles qui comprend : A. un réservoir annulaire
comportant un corps cylindrique extérieur 2 à axe vertical et
un corps cylindrique intérieur 3 coaxial avec le premier, B. des
bras d'agitation verticaux 5 et 6 se déplaçant respectivement
près des parois des corps cylindriques 2 et 3, et C. des pales
7 et 8 fixées à chaque bras et inclinées par rapport à la
direction du mouvement des bras. Cet appareil est efficace
pour mélanger des agents chimiques aux particules d'un hydro-
gel qui ont une forte tendance à adhérer les unes aux autres,
notamment d'un polymère du type acrylamide.



FR 2 556 610 - A1

D

La présente invention concerne une nouvelle méthode et un appareil pour agiter et mélanger un hydrogel d'un polymère hydrosoluble avec divers produits chimiques, qui permettent de supprimer les inconvénients dus à l'adhérence entre elles des petites particules de l'hydrogel qui sont solubles dans l'eau, et qui ont une forte tendance à adhérer les unes aux autres.

Cette invention apporte ainsi un appareil pour agiter ou malaxer des particules d'hydrogel d'un polymère hydrosoluble, qui comprend (A) un réservoir d'agitation annulaire comportant un fond, une partie circulaire externe consistant en la face interne d'un corps cylindrique extérieur dont l'axe est vertical, et une partie circulaire interne consistant en la face externe d'un corps cylindrique intérieur coaxial avec le corps cylindrique extérieur et dont le diamètre est inférieur à celui du corps cylindrique extérieur, (B) un ou plusieurs bras d'agitation verticaux disposés pour se déplacer près de la partie circulaire externe et un ou plusieurs bras d'agitation verticaux disposés pour se déplacer près de la partie circulaire interne, et (C) une ou plusieurs pales d'agitation fixées à chaque bras et inclinées par rapport à la ligne normale de direction du mouvement du bras de manière que la matière à agiter soit pressée dans une direction s'écartant de la partie circulaire externe, de la partie circulaire interne ou du fond du réservoir annulaire.

Sur les dessins annexés :

la figure 1 est une élévation en coupe verticale partielle montrant schématiquement un mode de réalisation de l'appareil selon l'invention ;

la figure 2 est une vue en plan d'une partie principale de l'appareil représenté sur la figure 1 ; et

la figure 3 est une vue en plan montrant l'intérieur de l'appareil représenté sur la figure 1.

Particularité de l'agitation de particules d'hydrogels.

L'appareil d'agitation de la présente invention a

la structure que l'on vient de décrire. Un appareil d'agitation ayant une structure semblable est employé pratiquement comme malaxeur à mortier ou bétonnière, mais l'une des différences importantes entre cet appareil et celui de l'invention est que dans l'appareil connu, les bras verticaux portant les pales d'agitation sont placés en des points éloignés des parties circulaires interne et externe du réservoir de mélange annulaire, différence qui est très importante quand il s'agit d'agiter des particules d'hydrogels. Dans l'appareil connu, l'agitation d'une telle matière spéciale est impossible.

Dans le cas où l'agitation est essentiellement réalisée par des pales qui tournent dans un plan horizontal, comme dans l'appareil de la présente invention ainsi que dans l'appareil de mélange connu ci-dessus, on obtient un important avantage par rapport à ce qu'on appelle un malaxeur, un mélangeur à vis et ruban ou un mélangeur du type cylindre tournant latéral. Plus particulièrement, le volume de l'espace de frottement est petit et le volume de la matière à mélanger par unité de volume de la machine se trouve accru. L'appareil de mélange indiqué plus haut peut ainsi être avantageusement employé pour une matière pouvant être agitée par l'application d'une faible force de cisaillement au cours du mélange, telle qu'un mortier ou du béton.

Mais dans le cas de particules d'hydrogel d'un polymère hydrosoluble, tel qu'un polymère du type de l'acrylamide, qui ont une forte tendance à adhérer les unes aux autres, dans l'appareil de mélange connu ci-dessus, dont la structure est semblable à celle de l'appareil de cette invention, les particules du gel commencent à adhérer entre elles peu après le début de l'opération de mélange et il se forme rapidement plusieurs grosses masses.

La présente invention a été conçue et élaborée suite aux recherches de la présente Demanderesse sur une telle adhérence des particules du gel et leur croissance, en vue de mettre à profit les avantages de l'appareil

de mélange de construction connu, et il a été ainsi trouvé que l'adhérence les unes aux autres des petites particules du gel commence à avoir lieu à l'avant dans la direction de rotation du bras d'agitation vertical, ainsi qu'au bord

5 conducteur dans la direction d'avancement de la pale orientée perpendiculairement à la direction du mouvement. La Demanderesse a également trouvé qu'en ce qui concerne l'adhérence des particules qui débute au bras conducteur, si la pale d'agitation est inclinée sur la direction perpendicu-

10 laire à la direction du mouvement, c'est-à-dire si cette pale est disposée de manière que les petites particules du gel glissent et s'échappent à droite et à gauche alors qu'elles sont pressées par la pale et se trouvent ainsi séparées de la paroi de l'appareil, leur adhérence les unes

15 aux autres peut être fortement retardée. Dans ce cas, la pale d'agitation est placée de manière qu'une de ses extrémités se déplace très près (c'est-à-dire à moins de 20 à 30 mm) de la paroi circulaire ou du fond du réservoir d'agitation annulaire.

20 Néanmoins, même si la pale est disposée de manière à empêcher l'adhérence à son voisinage des petites particules du gel, comme on vient de l'indiquer, il se produit une telle adhérence près du bras d'agitation vertical portant la pale alors que se poursuit l'agitation des

25 particules, et des agglomérats de particules adhérentes s'enroulent autour de la partie voisine du bras, agglomérats qui vont croissant.

La présente Demanderesse a trouvé que si l'on applique une légère force de cisaillement aux petites particules du gel juste au moment où leur agglomération est sur

30 le point de débiter près du bras d'agitation, l'agglomération ne continue plus, c'est-à-dire que dans ce cas les petites particules sont séparées du bras alors que leur agglomération est encore peu importante, ce qui empêche la formation

35 de gros agglomérats.

Plusieurs méthodes peuvent être envisagées pour appliquer cette légère force de cisaillement, par exemple une méthode dans laquelle on dispose des plaques à chicanes produisant une force de cisaillement sur les
5 côtés légèrement interne et externe du trajet d'avancement du bras d'agitation, mais cette méthode ne s'est pas avérée satisfaisante du fait que l'on ne peut en attendre un bon mélange et qu'il est impossible d'appliquer d'une manière continue une force de cisaillement.

10 Dans la présente invention, le mouvement relatif entre les faces des parois du réservoir annulaire et le bras d'agitation de l'appareil de mélange est utilisé pour produire une force de cisaillement sur les petites
15 particules du gel qui se trouvent au voisinage du bras et sont sur le point d'adhérer les unes aux autres. Plus précisément, il a été trouvé qu'en faisant se déplacer le bras très près des faces des parois du réservoir annulaire, on impose une force de cisaillement suffisante aux particules
20 du gel qui commencent juste à s'enrouler autour du bras, entre celui-ci et la face de la paroi, force qui empêche la formation de gros agglomérats de particules. Dans cette configuration structurelle, si les particules du gel adhèrent au bras, une force de cisaillement est toujours appliquée
25 de manière continue au gel qui adhère, et s'il n'y a pas de gel adhérent, il est inutile d'appliquer une force de cisaillement.

La distance entre le bras d'agitation et la paroi du réservoir annulaire est très petite mais il est difficile de spécifier cette distance, qui toutefois sera
30 ordinairement comprise entre quelques millimètres et une valeur légèrement supérieure à l'épaisseur du bras (de l'ordre de quelques centimètres).

Le présent appareil comprend un réservoir annulaire et des bras d'agitation munis de pales ayant une con-
35 figuration structurelle particulière.

Un mode de réalisation de cet appareil sera maintenant décrit avec référence aux dessins annexés dans lesquels la figure 1 est une élévation en coupe verticale partielle de l'appareil ; la figure 2 est une vue en plan
5 du réservoir d'agitation et la figure 3 une vue en plan montrant l'intérieur de ce réservoir.

On voit sur la figure 1 que le réservoir d'agitation annulaire comprend un fond 1, une partie circulaire externe qui est la face interne d'un corps cylindrique extérieur 2, et une partie circulaire interne qui est la face
10 externe d'un corps cylindrique intérieur 3, coaxiale avec le corps cylindrique extérieur 2. Les dimensions de ce réservoir, pour traiter 20 kg d'un gel aqueux de polyacrylamide à 70 % d'eau, sont un diamètre du corps cylindrique
15 extérieur 2 d'environ 0,9 m et un diamètre du corps cylindrique intérieur 3 d'environ 0,2 m. Un couvercle intérieur 4 s'adapte de manière à pouvoir tourner sur l'extrémité supérieure ouverte du corps cylindrique 3, couvercle auquel sont fixés
les bras d'agitation 5 et 6 par des bras intermédiaires 5' et 6', respectivement, les bras 5 et 6 étant verticaux et
20 disposés pour se déplacer le long des parties circulaires externe et interne du réservoir annulaire, respectivement. Il peut y avoir un ou plusieurs bras 5 et un ou plusieurs bras 6. Il est préférable que la distance entre le bras 5
ou 6 et la partie circulaire externe ou interne du réservoir,
25 le long desquelles se déplacent respectivement les bras 5 et 6, soit relativement petite, et plus précisément il est préférable que cette distance soit inférieure au double du diamètre du bras d'agitation.

30 Les bras sont ordinairement des tiges circulaires, pouvant avoir par exemple un diamètre de 20 à 50 mm, et s'ils ont une autre forme, c'est la projection de la largeur de la silhouette du bras dans la direction de son mouvement qui est considérée comme son diamètre.

35 Chacun des bras 5 et 6 porte à son extrémité une ou plusieurs pales 7, 8 qui sont inclinées sur la ligne normale de la direction du mouvement des bras, en entendant par cette expression que la force pressante de la matière

à agiter, c'est-à-dire le gel de polymère contenant des produits chimiques, n'agit pas perpendiculairement à la face de la pale au cours de l'agitation. Plus précisément, comme le montre la vue en plan de la figure 3 (qui sera
5 décrite en détail ci-après), les pales sont fixées aux bras de manière que la pression partielle agisse dans la direction radiale du réservoir annulaire sur la matière à agiter, ou que cette pression partielle agisse dans la direction axiale, c'est-à-dire la direction verticale du
10 réservoir annulaire. Pour produire cette pression partielle, on peut adopter par exemple une méthode dans laquelle, comme le montre la figure 3, la pale est fixée au bras 5 suivant un angle θ (comme le bras 5 est vertical, on ne le voit pas sur la figure 3), et dans ce cas il est préférable que l'an-
15 gle θ soit d'environ 30 à 70° (il en est de même si la pale est fixée de manière que la pression partielle agisse dans la direction axiale).

La pression partielle qui est appliquée à la matière à agiter par suite de la fixation inclinée de la
20 pale est choisie pour que la matière soit pressée vers la partie centrale du réservoir, c'est-à-dire de la partie circulaire externe vers la partie circulaire interne et de la partie circulaire interne vers la partie circulaire externe du réservoir représenté sur la figure 3, sur laquelle
25 cette exigence est satisfaite si le sens du mouvement de la pale est celui indiqué par la flèche A. Dans le cas où la pale est fixée de manière à créer une pression partielle agissant vers le haut, il est préférable que cette pale disposée près du fond soit inclinée de manière que la ma-
30 tière à agiter soit pressée vers le haut.

Il est également préférable que la surface de la pale soit de l'ordre de 1 à 20 % de la surface occupée par la matière à agiter dans la partie du réservoir annulaire où se trouve cette pale, et aussi que la position de fixation
35 de la pale soit choisie pour que les endroits où se trouvent les pales respectives qui traversent la matière au cours de l'agitation ne se recouvrent pas mutuellement, et que les

distances entre l'extrémité de la pale et la paroi circulaire et le fond du réservoir soient inférieures à 20 à 30 mm.

On peut adopter des moyens facultatifs pour actionner les bras d'agitation. On peut par exemple transmettre un mouvement de rotation d'un moteur 9 à vitesse variable placé à l'extérieur du cylindre 2, par une courroie 10, au couvercle 4 du cylindre intérieur par l'intermédiaire d'un réducteur de vitesse 11 situé à l'intérieur du cylindre 3.

L'appareil d'agitation selon cette invention est ordinairement employé avec divers dispositifs accessoires. C'est ainsi par exemple que le réservoir annulaire comporte ordinairement un couvercle 12 avec une ouverture 13 pour le chargement des particules du gel, un orifice 14 d'arrivée d'air de refroidissement, un orifice de sortie 15, une fenêtre 16 permettant de contrôler l'intérieur de l'appareil (normalement avec un couvercle) et des arrivées de vapeur de chauffage 17 et 17' (les becs se trouvant aux extrémités supérieures).

Le fond 1 comporte une ouverture pour décharger les particules du gel après le mélange, ouverture qui est fermée par une plaque 18 au cours de l'opération de mélange, et pour le déchargement cette plaque 18 est retirée par un bras de liaison 20 actionné par un dispositif pneumatique ou électrique 19.

Comme la matière à agiter est chargée à la partie supérieure de l'appareil, une partie de cette matière s'accumule parfois sur le couvercle 4 ainsi que sur la partie horizontale 5' du bras d'agitation 5 et sur les sièges de fixation des bras 5" et 6". Pour l'enlever on peut par exemple installer un râcleur 21 sur la face inférieure du couvercle 12. Pour peser la matière à agiter, on peut placer l'ensemble de l'appareil de mélange sur un banc ou support 22 lui-même installé sur des machines de pesée 23 et 23'.

Si le présent appareil d'agitation peut être construit avec des matériaux appropriés quelconques, il est préférable que les parties qui sont mises en contact avec

les particules de l'hydrogel soient en acier inoxydable ou en un métal chromé.

Il est nécessaire d'ajouter et de mélanger certains produits chimiques à l'hydrogel du polymère hydro-
5 soluble devant être traité dans l'appareil selon cette invention. On traite par exemple des hydrogels de polymères solubles dans l'eau tels que de polyacrylamide, de polyacrylamide modifié par des anions ou des cations, d'un copolymère du type acrylamide avec une proportion principale d'acry-
10 lamide, d'acide polyacrylique ou d'un sel de cet acide, d'alcool polyvinylique et de carboxyméthylcellulose, et l'on peut même efficacement traiter avec cet appareil un polymère du type acrylamide ayant un caractère collant ou adhérent particulièrement élevé.

15 L'hydrogel qui doit être agité dans le présent appareil n'a pratiquement aucune fluidité, et même si on le prend d'un récipient et qu'on le laisse au repos, sa forme n'est que légèrement modifiée par l'élasticité ou une certaine plasticité du gel en lui-même. Ces propriétés
20 varient avec la composition et la masse moléculaire du polymère ainsi qu'avec la teneur en eau du gel, et bien qu'il soit difficile de spécifier strictement cette masse moléculaire et la teneur en eau, dans le cas d'un polymère de type acrylamide, la masse moléculaire est d'environ 3 000 000
25 à 20 000 000 et la teneur en eau de l'ordre de 50 à 85 %.

Avant de mélanger divers produits chimiques à l'hydrogel du polymère hydrosoluble, on le désagrège en petites particules d'une dimension moyenne d'environ 3 à 20 mm, de préférence de l'ordre de 5 à 10 mm, avantageusement
30 au moyen du mécanisme de pulvérisation antérieurement proposé par la présente Demanderesse, qui est décrit dans le brevet japonais N° 32176/79 et dans le brevet US N° 3 905 122.

Aucune restriction particulière n'est imposée à la forme des petites particules du gel, qui peuvent
35 être sphériques, cubiques, prismatiques ou avoir une forme irrégulière, du moment que leur dimension moyenne est comprise entre les limites que l'on vient d'indiquer, mais néanmoins

des particules trop longues, par exemple en forme de nouilles, ne sont pas souhaitables. La répartition des dimensions des particules n'est pas non plus particulièrement déterminante. Si le diamètre, dans le cas de particules sphériques (on ne peut former de particules sphériques par désagrégation et pulvérisation), ou la longueur du côté le plus court dans le cas de particules cubiques ou prismatiques, dépassent 10 mm environ, la vitesse de diffusion et de pénétration des agents chimiques ajoutés dans les particules du gel s'en trouve réduite et leur répartition dans les particules devient irrégulière, ce qui entraîne parfois des effets indésirables pour les caractéristiques du polymère obtenu.

Si l'on réduit la dimension des particules, la répartition des concentrations des agents chimiques dans celles-ci peut s'en trouver plus étroite, mais pour désagréger le gel en très petites particules il faut ordinairement une grande force de cisaillement, et si l'on applique une telle force cela provoque un abaissement indésirable de la masse moléculaire du polymère. Eu égard à ce qui précède, la dimension moyenne des particules du gel sera réglée entre 3 et 20 mm, de préférence entre 5 et 10 mm.

Des exemples d'agents chimiques à ajouter au gel dans l'exécution de la présente invention sont des agents modifiant les polymères, à employer pour une modification anionique ou cationique de polyacrylamide, et des stabilisants destinés à empêcher la formation de substances insolubles dans l'eau ou une diminution de la viscosité d'une solution aqueuse du polymère au stade du chauffage et du séchage du gel.

Les divers additifs chimiques peuvent être mélangés au gel à l'état pulvérulent, en solution aqueuse ou sous la forme d'une suspension ou bouillie.

La présente Demanderesse a trouvé que si l'on répand les additifs chimiques en solution aqueuse sur les particules du gel, aussitôt après cette opération, c'est-à-dire au cours de la période qui précède l'absorption de la solution à un certain degré par les particules, la tendance

de celles-ci à adhérer les unes aux autres est extrêmement faible, et la solution aqueuse agit pendant un très court moment comme lubrifiant dans le mouvement des particules. Naturellement, la durée de ce très court moment varie avec
5 la composition du gel, les propriétés de la solution aqueuse et la proportion de solution ajoutée au gel, mais en général ce court moment est d'environ 10 secondes à 2 ou 3 minutes, et quand ce temps est écoulé, la tendance des particules à adhérer entre elles se trouve fortement accrue. On consi-
10 dère que la raison en est que la teneur en eau à la surface des particules devient plus élevée qu'avant l'addition de la solution aqueuse des agents chimiques, ce qui accroît l'adhérence.

Il est préférable de régler les conditions du
15 mélange dans le présent appareil pour obtenir un mélange homogène total alors que l'adhérence des particules entre elles se trouve réduite, comme il a été dit plus haut. Plus précisément, la durée d'agitation sera de 10 secondes à 10 minutes, de préférence de 30 secondes à 5 minutes. Il va
20 sans dire qu'à côté du temps de mélange, la vitesse de rotation de l'arbre d'agitation est importante aussi pour obtenir un mélange homogène, et le nombre et la forme des pales de l'appareil constituent également des facteurs importants. La vitesse de rotation de l'arbre sera de 10
25 à 100 tours/minute, de préférence de 20 à 60 tours/minute, et pour obtenir un mélange homogène il est préférable que le nombre de tours de l'arbre soit d'au moins 90 dans le cas de trois pales, ou d'au moins de 60 dans le cas de cinq pales.

30 Il est préférable aussi de fixer la durée de l'agitation et la vitesse de rotation de l'arbre de manière que le produit de la vitesse d'agitation en tours/minute, du temps de mélange en minutes et du nombre de pales, soit au moins égal à 200, et plus particulièrement d'au moins
35 250. On choisit la vitesse de rotation de l'arbre, le temps de mélange et le nombre de pales suivant la méthode courante en tenant compte de la résistance mécanique et de la force de mélange

pour la vitesse de rotation, de la modification de la caractéristique d'adhérence des particules entre elles pour le temps de mélange, et du schéma général de l'appareil pour le nombre de pales.

5 A cet égard, si la réaction est effectuée après l'addition des agents chimiques aux particules du gel, il est nécessaire de régler la température des particules à une valeur spécifiée.

10 On règle la température par chauffage ou par refroidissement, ce qui peut se faire facilement.

(A) Chauffage.

15 Il est bien préférable pour chauffer de faire arriver de la vapeur d'eau dans l'appareil d'agitation au cours du mélange, vapeur qui peut être de la vapeur sur-chauffée, saturée ou humide. La majeure partie de la vapeur insufflée se condense à la surface des particules, qui sont chauffées par la chaleur de condensation, et l'eau condensée agit comme lubrifiant des particules au cours de l'opération de mélange.

20 (B) Refroidissement.

La température des particules d'un gel très chaudes peut être abaissée par évaporation de l'eau des particules par l'air atmosphérique ambiant (air extérieur) au cours du mélange. Plus précisément, dans l'appareil représenté par les dessins annexés, l'air extérieur arrive par l'orifice d'entrée d'air 14 et ressort par l'orifice de sortie 15, par convection naturelle ou renforcée, les particules du gel pouvant être ainsi aisément refroidies. Cependant, comme de l'eau s'élimine de la surface des particules, cela favorise parfois leur adhérence les unes aux autres, et il faut donc régler l'évaporation de l'eau en tenant compte de la quantité ajoutée de la solution aqueuse des produits chimiques.

30 La présente invention sera maintenant décrite en détail dans les exemples d'essais qui suivent, exemples qui n'en limitent aucunement la portée.

Exemple de référence.

(A) Polymérisation.

Dans un récipient de polymérisation d'une capacité de 200 litres on met une solution aqueuse d'acrylamide ayant la composition suivante :

Acrylamide	39,0 kg
Stéarate de sodium	0,006 kg
Eau désionisée	110 kg.

On règle la température à 10°C tout en chassant en grande partie l'oxygène dissous par un courant d'azote, et comme inducteur de polymérisation on ajoute les agents ci-dessous séparément dissous dans de l'eau pour 0,3 litre d'eau désionisée, puis tout en agitant, on fait arriver de l'azote dans le récipient pendant environ 10 minutes.:

Diméthyl-aminopropionitrile	67,5 g
Persulfate de potassium	45 g.

Après environ 15 minutes à compter du moment de l'arrêt de l'arrivée d'azote et de l'agitation, la polymérisation commence, et au bout d'environ 100 minutes la vitesse d'élévation de la température diminue et la polymérisation est terminée, la température étant à ce moment de l'ordre de 90°C.

25 (B) Désagregation du gel.

On utilise pour cela un appareil de désagregation dans lequel une plaque percée de nombreux trous de 7 mm de diamètre est fixée à l'extrémité d'un cylindre contenant une vis et un couteau à quatre lames, disposé juste au-dessous de la plaque, que l'on fait tourner en même temps que la vis, ce qui forme des particules du gel d'environ 2 à 10 mm. En effet, bien que le diamètre des trous de la plaque ne soit que de 7 mm, comme certaines particules passent à travers les trous en subissant une déformation élastique, il peut passer des particules dont la dimension est supérieure au diamètre des trous. La température des particules ainsi obtenue est de l'ordre de 70 à 85°C.

EXEMPLE 1 :

On opère dans un appareil d'agitation d'une construction telle que représentée sur les dessins annexés. Le diamètre intérieur du corps cylindrique 2 est de 0,9 m, la hauteur de 0,35 m et le diamètre extérieur du corps cylindrique 3 de 0,2 m. Trois bras d'agitation verticaux sont disposés de manière que deux d'entre eux passent très près du côté interne du corps cylindrique 2, tandis que le troisième passe très près du côté externe du corps cylindrique 3. La partie de l'appareil qui est mise en contact avec les particules du gel est en acier inoxydable.

Dans cet appareil on charge 61 kg des particules obtenues plus haut, dont on égalise la surface, et on utilise séparément environ 2 litres d'une encre rouge un peu diluée à l'eau pour observer l'état du mélange. Quand l'agitation est arrêtée on pulvérise uniformément l'encre rouge diluée sur les particules du gel, puis on fait aussitôt tourner l'arbre à 21 tours/minute. Chaque fois on effectue le mélange pendant 10 secondes, 20 secondes, 30 secondes, 45 secondes, 1 minute, 2 minutes, 3 minutes et 4 minutes, on arrête l'agitation et on observe l'état du mélange en photographiant une prise d'échantillon.

Quand le mélange est poursuivi pendant 1 minute, les particules du gel sont uniformément mélangées à l'échelle macroscopique. En examinant au microscope un échantillon prélevé après 3 minutes de mélange, on observe que l'état du mélange est encore insuffisant, mais après 4 minutes l'état du mélange est bon.

EXEMPLE 2 :

On utilise le même appareil d'agitation que dans l'exemple 1, dans lequel on charge 62 kg des particules du gel, et on ajoute l'encre rouge par une buse de pulvérisation.

On fait tourner l'arbre d'agitation à 41 tours/minute.

Après 1 minute environ on pulvérise par la buse, en 30 secondes environ, de l'ordre de 2 litres de

l'encre rouge, et on poursuit le mélange pendant 7 minutes à compter du moment du début de l'addition de l'encre. On photographie le gel pendant l'opération de mélange tout en poursuivant l'agitation. On ouvre ensuite légèrement l'orifice de
5 décharge du fond de l'appareil, par lequel on recueille le gel coloré que l'on observe en détail. Quand le mélange est poursuivi pendant 2 ou 3 minutes, l'état du mélange est très bon, même vu au microscope, et si l'on poursuit le mélange pendant 7 minutes, les particules du gel sont pulvérisées
10 et leur dimension moyenne réduite.

EXEMPLE 3 :

On opère dans un appareil d'agitation d'une construction telle que représentée par les dessins annexés. Le diamètre intérieur du corps cylindrique 2 est de 1,36 m, la hauteur de 0,72 m et le diamètre extérieur du corps cylindrique 3 de 0,50 m. Cinq bras d'agitation sont disposés de
15 manière que la distance entre trois d'entre eux et la surface interne de la paroi du corps cylindrique 2 soit de 20 à 50 mm, et que la distance entre les deux autres bras et la surface externe de la paroi du corps cylindrique 3 soit
20 également de 50 mm, l'épaisseur de tous les bras étant de 38 mm. Les parties de l'appareil qui sont mises en contact avec les particules du gel sont en acier spécial 304, dont la surface a été polie avec le produit de polissage N° 300.

25 On charge cet appareil de 200 kg des particules du gel et on fait tourner l'arbre d'agitation à 23 tours/minute, en ajoutant en même temps 9,8 kg d'une solution aqueuse à 30 % de soude caustique par une buse de pulvérisation, en 20 secondes environ, et on poursuit l'agitation
30 pendant une durée totale de 3 minutes. Chaque fois on agite pendant 60, 90, 12, 150 et 180 secondes, on ouvre légèrement l'orifice de décharge au fond du récipient et on prélève environ 1 kg des particules mélangées avec la solution aqueuse d'alcali, particules que l'on met dans un sac en
35 polyéthylène où elles sont vieilles pendant 9 heures à 70°C puis séchées pendant 16 heures dans un séchoir à air chaud maintenu à 60°C, et enfin pulvérisées. On recueille des par-

ticules de 1 à 0,15 mm et on détermine les propriétés physiques du polymère. Les particules du gel sont à une température de 68 à 72°C quand elles sont mélangées avec la solution de l'alcali.

5

Les résultats obtenus sont donnés au tableau 1.

T A B L E A U 1

	Temps d'agitation (secondes)	Viscosité (cps) d'une solution aqueuse à 1 %	Degré d'hydro- lyse (%)	Solubilité (%)
10	60	11.540	15,0	1,2
	90	12.400	17,0	0,6
	120	12.840	19,3	0,6
	150	12.600	19,3	0,2
15				

On mesure la viscosité de la solution aqueuse à 1 % au viscosimètre Brookfield du type BM avec le rotor N° 3 tournant à 6 tours/minute. Le degré d'hydrolyse est le taux molaire des groupes amide hydrolysés du polyacrylamide, et la solubilité la quantité de polymère non dissoute après l'addition de 0,5 g du polymère pulvérulent à 500 ml d'eau désionisée dans un bécher de 500 ml et agitation du mélange pendant 2 heures.

Ces résultats montrent que le temps de mélange de 2 minutes, comprenant le temps nécessaire à la pulvérisation de la solution d'alcali, est satisfaisant.

EXEMPLE 4 :

On charge le même appareil que dans l'exemple 3 de 200 kg des particules du gel dont la température a été abaissée à 45°C, on fait tourner l'arbre d'agitation à 23 tours/minutes et on ajoute un alcali en le pulvérisant. Quand l'addition de l'alcali est terminée on introduit de la vapeur saturée légèrement humide sous une pression relative de 7 bars, pendant environ 80 secondes, par une buse en éventail à orifices de 5 mm et 17 mm de diamètre. La température des particules qui ont été soumises à l'agitation est d'environ 75°C. Certaines particules montent par l'effet d'insuffla-

tion de la vapeur et s'accumulent sur le couvercle 4 du corps cylindrique 3 et sur d'autres parties de l'appareil, mais on n'observe pas d'autres modifications.

EXEMPLE COMPARATIF 1 :

5 On effectue un essai de mélange dans l'appareil de l'exemple 3 dans lequel un bras d'agitation situé près du corps cylindrique 2 est déplacé de l'extérieur du corps cylindrique 3 à l'endroit où la distance à la surface intérieure de la paroi du corps cylindrique 2 est d'environ 150 mm
10 (à peu près le centre de la partie annulaire), les autres opérations étant les mêmes que dans l'exemple 3.

Après environ 1 minute à partir du moment de chargement des particules et du début de l'agitation à 23 tours/minute (environ 40 secondes se sont écoulées depuis
15 le moment de l'addition de la solution aqueuse d'alcali), des agglomérats des particules qui adhèrent les unes aux autres commencent à s'enrouler autour des bras d'agitation, et quand on poursuit l'agitation ces agglomérats grossissent. Au bout d'environ 2 minutes il faut interrompre l'agitation.
20 car on ne peut en attendre un bon état du mélange, et un mélange à l'échelle industrielle devient difficile du fait de l'élévation anormale de la puissance nécessaire à l'agitation.

REVENDEICATIONS

1.- Un appareil d'agitation de particules d'hydrogels de matières polymères solubles dans l'eau, qui comprend (A) un réservoir d'agitation annulaire comportant un fond, une partie circulaire externe consistant en la face interne d'un corps cylindrique extérieur dont l'axe est vertical, et une partie circulaire interne consistant en la face externe d'un corps cylindrique intérieur coaxial avec le corps cylindrique extérieur et dont le diamètre est inférieur à celui du corps cylindrique extérieur, (B) un ou plusieurs bras d'agitation verticaux disposés pour se déplacer près de la partie circulaire externe et un ou plusieurs bras d'agitation verticaux disposés pour se déplacer près de la partie circulaire interne, et (C) une ou plusieurs pales d'agitation fixées à chaque bras et inclinées par rapport à la ligne normale de direction du mouvement du bras de manière que la matière à agiter soit pressée dans une direction s'écartant de la partie circulaire externe, de la partie circulaire interne ou du fond du réservoir annulaire.

2.- Appareil d'agitation selon la revendication 1 dans lequel la distance entre chaque bras d'agitation et la partie circulaire externe ou la partie circulaire interne le long desquelles se déplacent les bras est inférieure à deux fois le diamètre du bras.

3.- Appareil d'agitation selon la revendication 1 dans le fond comporte un orifice de décharge des particules du gel pouvant être ouvert ou fermé.

4.- Appareil d'agitation selon la revendication 1 dans lequel la partie supérieure du réservoir d'agitation comporte un couvercle avec un ou plusieurs orifices.

5.- Appareil d'agitation selon la revendication 1 dont les parties qui sont mises en contact avec l'hydrogel du polymère hydrosoluble sont en acier inoxydable ou en un métal chromé.

1/1
FIG. 1

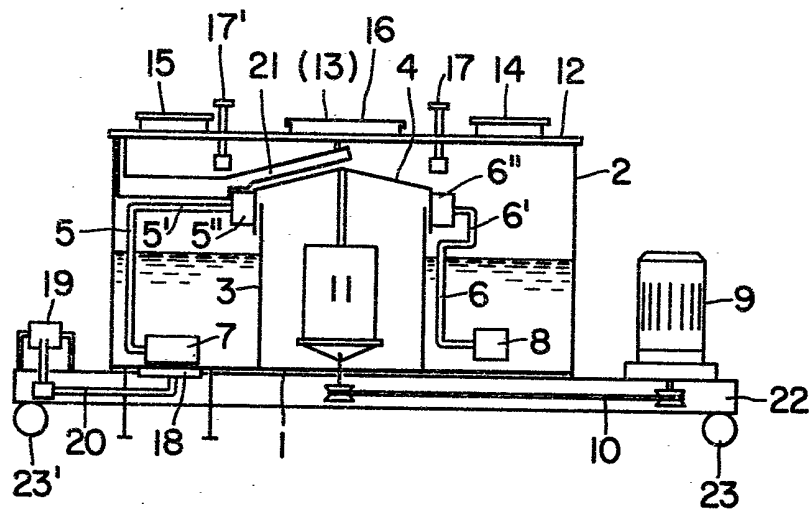


FIG. 2

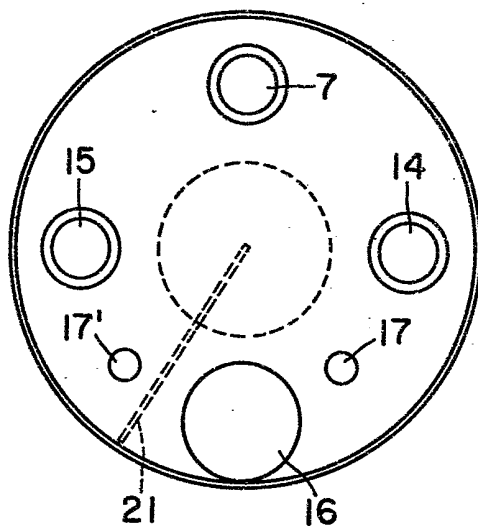


FIG. 3

