

K I V O N A T

Eljárás polimer szárítóból távozó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, LUDWIGSHAFEN, DE

A bejelentés napja: 1995. 09. 02

Elsőbbsége: 1994. 09. 08. 08/302,309, US

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/EP95/03467

A nemzetközi közzététel száma: WO 96/07466

Az eljárás hőre lágyuló polimer szárítóból távozó, hőre lágyuló polimer port, monomereket és vizet tartalmazó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására szolgál. Az eljárás során a) a gázt töltettel ellátott mosóoszlopba vezetik, majd b) a mosóoszlopban egy oldószerrel átmossák. Az oldószert célszerűen a következők csoportjából választják: víz, alkoholok, aminok, szerves és szervetlen savak, észterek, ketonok, éterek, paraffinok, valamint ezek keverékei.

1771/97

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

63.582/BE

S.B.G. & K.
Nemzetközi
Szabadalmi Iroda
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 34-24-950, Fax: 34-24-323

***Eljárás polimer szárítóból távozó gáz hűtésére, demonomerizálására
és portalanítására***

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, LUDWIGSHAFEN, DE

Feltalálók:

VON DZIEMBOWSKI Kasimir,	FRANKENTHAL,	DE
PERRYMAN Howard, G.,	LAKE JACKSON, TX,	US
MOORE Leonard, H.,	LAKE JACKSON, TX,	US

A bejelentés napja: 1995.09.02.

Elsőbbsége: 1994.09.08., 08/302,309, US

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/EP95/03467

A nemzetközi közzététel száma: WO 96/07466

A találmány tárgya eljárás polimer szárítóból távozó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására.

Bizonyos hőre lágyuló (termoplasztikus) polimerek (mint a poliamidok, nejlonok, poliészterek, poliolefinok, poliakrilátok, poliszulfonok, poliéter-szulfonok, poliacetátok, polivinil-kloridok és poliuretánok) gyártási eljárásának végén pelletek, granulák vagy forgácsok alakulnak ki, amiket gyakran vízzel hűtenek. Ezeket a nedves pelletet, granulát vagy forgácsokat (chips) rendszerint szárítóban szárítják gázzal, emelt hőmérsékleten.

Előnyös az, ha a gázt visszavezetik a szárítóhoz. A szárítóból távozó gáz azonban polimer port, monomereket, oligomereket és vizet tartalmaz, amiket le kell választani a gázból annak érdekében, hogy recirkuláltathassuk a gázt a szárítási eljárásba. Ez a leválasztás több különálló műveleti lépésben valósítható meg, mint a portalanítási művelet (például ciklonban, szűrővel vagy a kettő kombinációjával), valamint egy külön hűtési művelet.

A ciklon vagy a szűrő leválasztási hatékonysága nem mindig kielégítő. Az a por, ami nem választódik le a ciklonban, vagy a szűrőn, lerakódik a gáz-hűtőben és esetenként nyomásvesztést okoz a gázcirkulálásban. Az el nem távolított monomerek lerakódnak az összekötőcsövekben, vagyis azon csövekben, amelyek összekötik a polimer-szárítót a ciklonnal. Ezért fennmarad annak szükségessége hőrelágyuló polimerek gyártásánál és más eljárásoknál, ahol hatásos porleválasztás szükséges, és a termékeknél, mint a monomerek és oligomerek, hogy a

gázt, amely ilyeneknek ki van téve, elválasszuk. Ugyancsak fennáll annak szükségessége, hogy az ilyen gázt egy lépcsőben tisztítsuk meg.

Ennek megfelelően a jelen találmány tökéletesíti a polimer szárítóból távozó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására szolgáló eljárást oly módon, hogy a hőre lágyuló polimer porát, monomereket, oligomereket és vizet tartalmazó gázt egy töltött oszlopba juttatjuk, és a gázt oldószerrel átmoszuk.

A találmány célja tehát olyan eljárás létrehozása polimer szárítóból távozó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására, ahol mindez egyetlen lépésben, nagy hatékonysággal történik.

Azt találtuk, hogy ezen célt és feladatot olyan, egy hőre lágyuló polimer szárítására szolgáló szárítóból érkező gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására alkalmas eljárással érjük el, illetve valósítjuk meg, amelynél a gázt:

- a) bevezetjük egy töltött oszlopba; és
- b) az oszlopban egy oldószerrel átmoszuk.

A jelen találmány vonatkozó feladatait és előnyeit a szakterületen átlagosan jártas személy megismerheti az itt következő részletes leírás elolvasásából. A jobb megértést szolgálják a csatolt rajzok, amelyek közül:

- az 1. ábrán vázlatosan feltüntettünk egy, a találmány szerinti eljáráshoz alkalmas hűtő, demonomerizáló és portalanító egységet;
- a 2. ábra perspektívikus felülnézetben mutatja be az 1. ábra szerinti egységhez használható tárcsaszerű töltőelemet.

A jelen találmány alapelvének megértését elősegítendő, a találmány egy példaképpeni kiviteli alakjának itt következő ismertetése, valamint a specifikus nyelvezet ugyanazt írja le. Mindamellett meg kell érteni, hogy ezzel nem célunk a találmány oltalmi körének korlátozása, valamint hogy a találmány alapelvének itt tárgyalt változatai és további módosítások egy, a találmány által érintett szakterületen átlagos jártasságú személy számára normális módon megvalósíthatónak tűnnek.

A jelen találmány eljárás hőre lágyuló polimer szárítóból távozó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására. Az 1. ábrán vázlatosan bemutatjuk a találmány gyakorlati megvalósítására alkalmas példaképpeni egységet. A hűtő, demonomerizáló és portalanító egység, melyet egészében 1-gyel jelöltünk, tartalmaz egy 3 mosóoszlopot 4 töltött ágygal, valamint egy recirkuláltató hurkot 10 szivattyúval, 11 szűrővel és egy 12 hűtővel. A polimer szárítóból elszívott gáz, amely nitrogént, vizet és polimer port tartalmaz, a 2 csővezetéken át jut be az 1 hűtő, demonomerizáló és portalanító egység 3 mosóoszlopába. A 3 mosóoszlop 4 töltött ágyat tartalmaz. A 4 töltött ágyat vízzel mossuk, amely víz a 3 mosóoszlop tetejéről permeteződik az 5 permetező fúvókán át a 4 töltött ágyra, miáltal kimosódik az elszívott gázáram, amely a 2 csővezetékétől érkezik, és felfelé haladva átáramlik a 4 töltött ágyon. Az elszívott gázárama, amely most már ki van mosva, és lényegileg mentes a portól, monomerektől és oligomerektől, a 6 csővezetéken át távozik a 3 mosóoszlopból és már csak nitrogént, valamint vizet tartalmaz.



A mosóvíz, amely a kimosott port, monomereket és oligomereket tartalmazza, egy 7 tárolótartályban gyűlik össze. Kívánt esetben a por, a monomerek és oligomerek szintjét a 8 szintszabályozó készülék útján szabályozzuk. A port, monomereket és oligomereket tartalmazó mosóvizet a 9 csővezetéken át recirkuláltatjuk a 10 szivattyú segítségével. A port a 11 szűrőben szűrjük ki a mosóvízből. A szűrt és recirkuláltatott vizet, amely monomereket és oligomereket tartalmaz, a 12 hűtőben hűtjük, majd visszakeringtetjük a 3 mosóoszlop tetejéhez, ahol azután ismét bepermeteződik az 5 fúvókán keresztül.

Amint a 7 tárolótartályban elértük a kívánt szintet, a mosóvíz elvezetődik a 13 csővezetéken át. A visszanyerhető termékek (például kaprolaktám monomer) koncentrációjától függően az elfolyó vizet vagy a szóban forgó termék visszanyeréséhez vagy a szennyvízhez vezetjük. Az eljárás kezdeti szakaszában vizet juttatunk a recirkulációs 9 csővezetékbe, éspedig egy — nem ábrázolt — vízszolgáltatóból, a 14 csővezetéken át. Az eljárás során víz adódik a gázáramban lévő vízgőzből is, amely a 2 csővezetéken át lép be a 3 mosóoszlopba. Ez a gázáramból kondenzálódott víz hozzávezetődik a 7 tárolótartályhoz.

A 3 mosótorony 4 töltött ágya előnyösen nagyszámú 15 tárcsaszzerű töltőelemmel (lásd a 2. ábrát) van töltve, amely 15 tárcsaszzerű töltőelem 16 gyűrűből áll, s ez egy 17 spirált fog körül.

A jelen esetben ezek a 15 tárcsaszzerű töltőelemek az előnyösek, mivel kiválóan elosztják az oldószert, megakadályozzák a porlerakódást, és kismértékű gáznyomás-esést biztosítanak.

Alkalmas hőre lágyuló polimerek, melyeknek szárítógázai hűthetők, demonomerizálhatók és portalaníthatók a jelen találmány szerinti eljárással, például a poliamidok, poliészterek, poliolefinek, polikarbonát, poliakril-nitril, poliuretán, poliszulfonok, polivinil-klorid, ezek kopolimerjei és keverékei. A találmány szerinti eljárás különösen alkalmas poliamidokhoz, mint a nejlon 6 és nejlon 6/6, de speciálisan a nejlon 6 és annak kopolimerjei, leginkább pedig a nejlon 6 tereftálsav-, vagy adipinsav-alapú kopolimerjei. Alkalmas poliamidok a nejlon 6, a nejlon 6/6, a nejlon 6/9, a nejlon 6/12, a nejlon 11, a nejlon 12, ezek kopolimerjei és keverékei.

Az alkalmas gázok, amelyek a hőre lágyuló polimer porát, monomereket és vizet tartalmaznak: a levegő, a nitrogén, a hidrogén és ezek keverékei, de előnyösen a nitrogén. Amikor a hőre lágyuló polimer porát, monomereket, oligomereket és vizet



tartalmazó gáz belép a mosóoszlopba, akkor a hőmérséklete körülbelül 30°C és 180°C között, de előnyösen 50°C és 60°C között van. A gáz víztartalma előnyösen 2 és 10 tömegszázalék között, de még előnyösebben 6 és 10 tömegszázalék között van, a teljes gázkeverékre számítva.

A b) műveleti lépésben a hőre lágyuló polimer port, monomereket és vizet tartalmazó gázt egy oldószerrel átmoszuk a 3 mosóoszlopban, miközben áthalad a 4 töltött ágyon. Alkalmas oldószeres példák: a víz, alkoholok, aminok, szerves és szervetlen savak, észterek, ketonok, éterek, paraffinok, valamint ezek keverékei. Előnyös a víz alkalmazása. Az 5 permetező fúvókából kilépő oldószer hőmérséklete előnyösen alacsonyabb, mint a gáz hőmérséklete, és előnyösen 35°C és 60°C között van. Megfelelő töltet a 4 töltéses ágyhoz állhat gyűrűkből, hengerekből és tárcsákból. A 15 tárcsás töltetet a 2. ábrán láthatjuk. Ezek a 15 tárcsás töltetek az előnyösek. A töltetek készülhetnek számosféle olyan anyagból, amelyek közömbösek, inaktívak az ismertetett mosási körülmények között. Ilyen anyagok például a fémek, pelletek és kerámiák. Megfelelő fémek erre a célra a szénacélok, a rozsdamentes acél és a titán. Az alkalmas kerámiák közé tartoznak az alumínium-oxidok. Megfelelő műanyag a polietilén és a polipropilén. Természetesen más fémeket, kerámiákat és műanyagokat is lehet használni.

A b) mosási művelet során a hőre lágyuló polimer por, a monomerek és oligomerek kimosódnak a gázból. A mosóoszlopból távozó mosott gáz 0,01-től 3,0 tömegszázalékban tartalmaz monomereket és oligomereket, valamint 1,0 tömegszázaléknál keve-



sebb, előnyösen 0,1 tömegszázaléknál is kevesebb hőre lágyuló polimer port, a mosott gáz össztömegére számítva.

A mosásra kerülő gáz, valamint a mosáshoz használt oldószer közötti hőmérsékletkülönbség miatt a mosáshoz használt oldószert a gáz mosása során 35°C és 60°C közötti, de előnyösen 35°C és 40°C közötti hőmérsékletre melegíthetjük. Az oldószert azután a 7 tárolótartályban gyűjtjük össze, ahonnan a 9 csővezetéken át recirkuláltatjuk a 10 szivattyú segítségével. A 11 szűrőn a por kiszűrhető az oldószerből. Megfelelő szűrők közé tartoznak a rostos szűrők, melyek gyapottal, vagy nejlonszálakkal vannak töltve. A megszűrt oldószert a 12 hűtőben lehűtjük, előnyösen körülbelül 10°C-tól a betáplált gáz hőmérsékletéig (60°C-ig). Alkalmazható hűtők közé tartoznak például a hőcserélők és a hűtőtornyok.

A szűrt és lehűtött oldószert ezután recirkuláltatjuk, és kipermetezzük az 5 fúvókán keresztül, éspedig a hőre lágyuló polimer port, monomereket és vizet tartalmazó gáz áramlásával ellentétes irányban.

A találmányt a továbbiakban az itt következő példa keretében ismertetjük részletesebben. A példához a csatolt rajzok szolgálnak illusztrációként, de ezek semmiképpen sem korlátozzák a találmány oltalmi körét.

PÉLDA

Egy 16 000 kg/óra N₂ és 1 000 kg/óra (gőzalakú) víz nagyságú gázáramot, amely egy nejlon 6 (relatív viszkozitás 4,08,

H₂SO₄-ben 1 tömegszázalékos oldatként mérve, 25°C hőmérsékleten) szárítóból 65°C-on érkezik, átvezetünk egy töltettel ellátott mosóoszlopon. Az oszlop átmérője 2,0 m, a töltött ág magassága 5 m. Töltetként 50 cm méretű polipropilén tárcsás töltőelemeket alkalmaztunk. A gázáramot 51 000 kg/óra vízzel mossuk 35°C hőmérsékleten. 375 kg gőz/óra kondenzálódott, és por, valamint monomerek kerültek kimosásra.

A mosóoszlopból távozó gázáram 16 000 kg/óra nitrogénből és 592 kg/óra vízből áll, hőmérséklete pedig 35°C. A monomer-tartalom 3 tömegszázaléknál kisebb, a nejlon 6 por tartalom pedig alacsonyabb 600 ppm-nél, a gázkeverék össztömegére számítva. A cirkuláltatott vizet, amit a mosóoszlopban körülbelül 41°C-ra melegítettünk, ezt követően 34°C-ra lehűtöttük a recirkulációs hurok hűtőjében. A kimosott port egy töltetes szitaszűrőben távolítjuk el, és pedig körülbelül 5,5 kg/nap nagyságrendben. Amikor a por, a monomerek és oligomerek szintje a tárolótartályban eléri a kívánt mértéket, akkor a víz elvezetődik a recirkulációs hurokból a 13 csővezetéken át. (lásd az 1. ábrát).

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás hőre lágyuló polimer szárítóból távozó, hőre lágyuló polimer port, monomereket és vizet tartalmazó gáz hűtésére, demonomerizálására és portalanítására, azzal jellemezve, hogy a) a gázt töltettel ellátott mosóoszlopba vezetjük, majd b) a mosóoszlopban egy oldószerrel atmossuk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oldószer a következők csoportjából választjuk: víz, alkoholok, aminok, szerves és szervetlen savak, észterek, ketonok, éterek, paraffinok, valamint ezek keverékei.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy oldószerként vizet alkalmazunk.

4. Az 1.- 3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy töltéselemekként gyűrűket, hengereket vagy tárcsás töltetelemeket alkalmazunk.

5. Az 1.- 4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve hogy a b) műveleti lépésben 35°C és 60°C közötti hőmérsékletű oldószerrel használunk.

6. Az 1.- 5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy c) műveleti lépésben a b) műveleti lépésből származó oldószerrel recirkuláltatjuk és újból felhasználjuk.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a recirkuláltatás során az oldószerrel szűrjük.

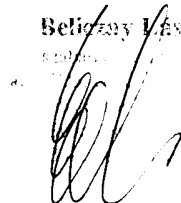
8. A 6. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a recirkuláltatás során az oldószerrel 10°C és 60°C közötti hőmérsékletre hűtjük.

10+2 old.

Pu

A meghatalmazott

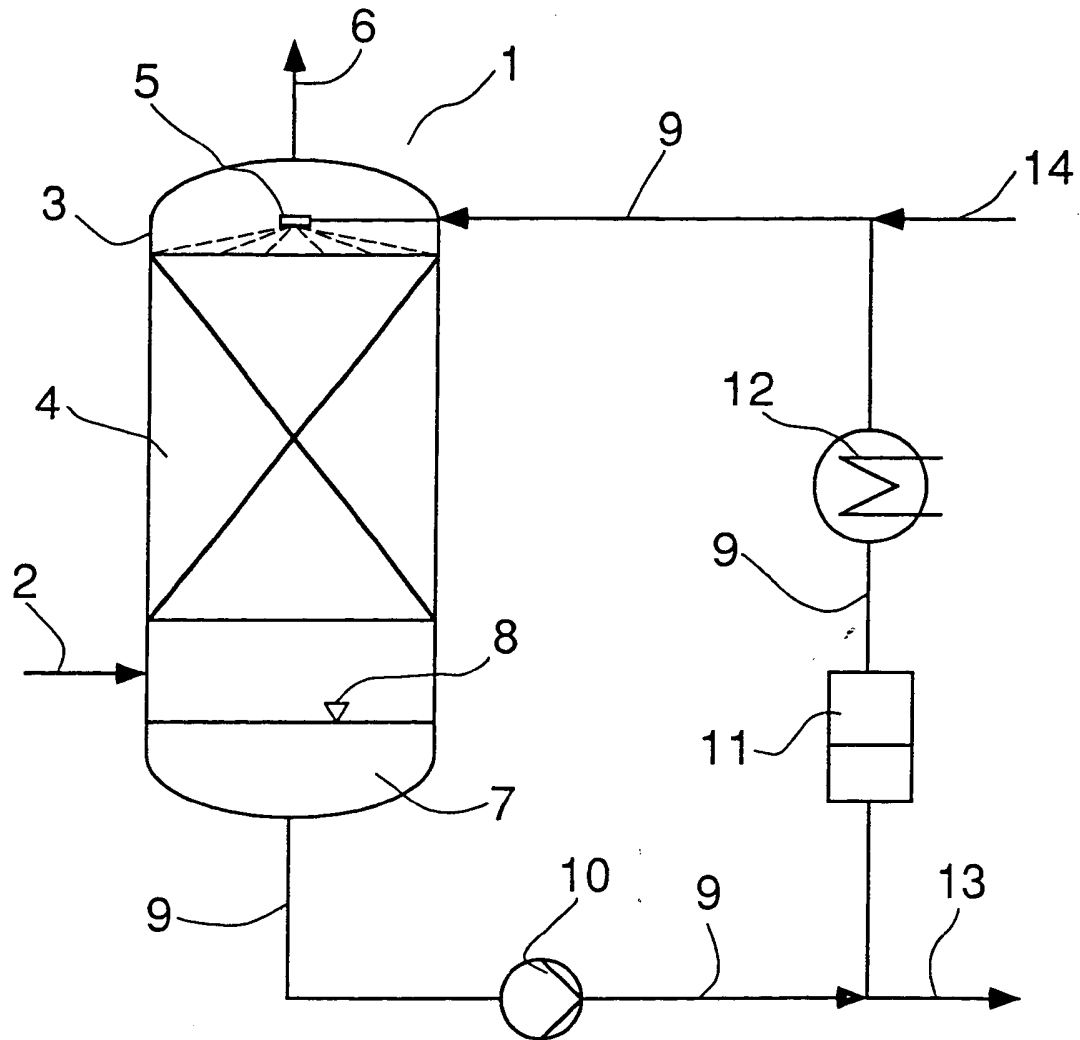
Béla Gy. Lőrincz



Alkalmazott hivatkozási jelek jegyzéke

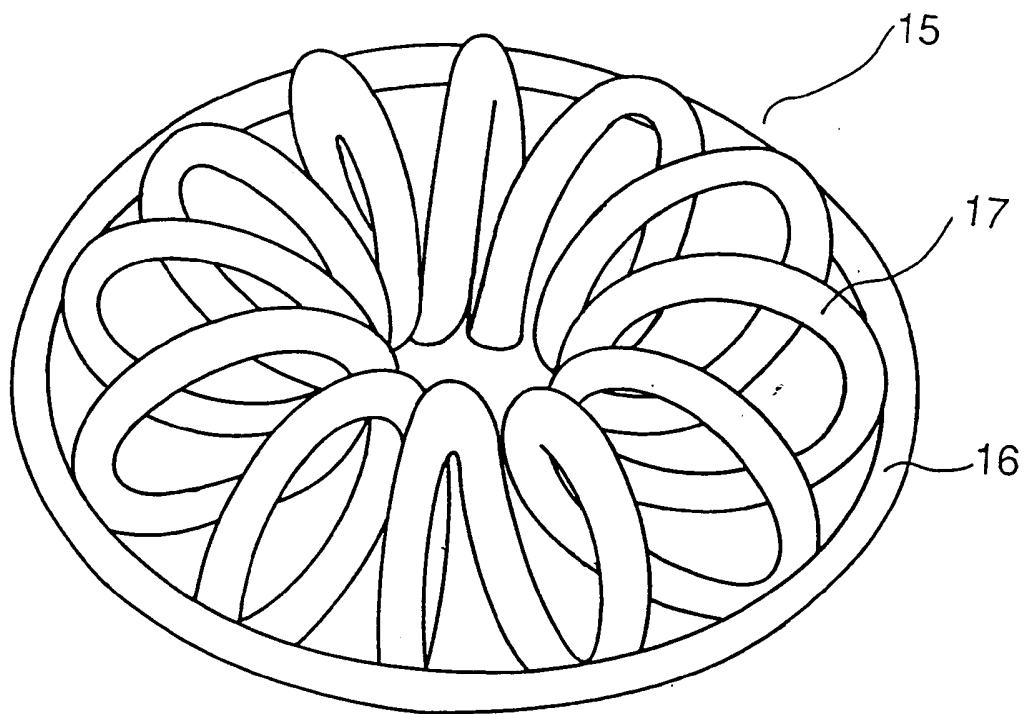
- 1 Hűtő, demonomerizáló és portalanító egység
- 2 Csővezeték
- 3 Mosóoszlop
- 4 Töltéses ágy
- 5 Permetező fúvóka
- 6 Csővezeték
- 7 Tárolótartály
- 8 Szintszabályozó készülék
- 9 Csővezeték
- 10 Szivattyú
- 11 Szűrő
- 12 Hűtő
- 13 Csővezeték
- 14 Csővezeték
- 15 Tárcsás töltet
- 16 Gyűrű
- 17 Spirál

1/2



1. ÁBRA

2/2



2. ÁBRA