



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 09. II. 1966 (P 112 871)

Pierwszeństwo: 22. VII. 1965
Niemiecka Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 10. V. 1967

Kl. 39 a¹, 1/12

MKP B 29

1/12

UKD 678.023.2

Właściciel patentu: VEB Leuna-Werke „Walter-Ulbricht”, Leuna (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób wytwarzania proszku z termoplastycznych tworzyw sztucznych lub z wosków

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania proszku o dużej czystości z termoplastycznych tworzyw sztucznych lub z wosków, które rozpylone w stanie ciekłym są stabilne względem gorącej wody o temperaturze leżącej powyżej zakresu ich topnienia.

Znane jest proszkowanie tworzyw w sposób mechaniczny przez ich mielenie. Termoplastyczne tworzywa sztuczne jest jednak trudno doprowadzić do postaci proszku przez suche mielenie ze względu na ich małe przewodnictwo cieplne, które utrudnia odprowadzanie ciepła, a przy mieleniu powoduje mięknięcie i skawalanie się tworzywa. Niedogodność tę usuwa się w znany sposób ochładzając tworzywo przez natryskiwanie płynnym azotem. Otrzymuje się w ten sposób bardzo kruchy materiał wymagający małej energii do rozdrobnienia go. Tego rodzaju urządzenia są kosztowne, a poza tym wymagają zastosowania dużej ilości materiału i są wskutek tego nieekonomiczne, zwłaszcza gdy się chce otrzymać ziarna o wielkości poniżej 100 μ .

Znany jest również sposób otrzymywania łatwego do mielenia materiału przez dodanie do polietylenu na przykład 10% metanolu. Sposób ten wykazuje jednak tę niedogodność, że wymaga usuwania rozpuszczalnika.

Poza tym znany jest sposób otrzymywania sproszkowanych poliolefin przez stapianie ich drogą ogrzewania podczas mieszania i następne ochładzanie. Ze względu na złe przewodnictwo cieplne

2

polimerów osiąga się w tym procesie małą zdolność przerobową.

Inny znany sposób polega na rozpuszczaniu tworzyw sztucznych w odpowiednich rozpuszczalnikach, rozpylaniu tej mieszaniny i następnie odprowadzeniu rozpuszczalnika z rozpylonych kropelek. Odpowiednimi rozpuszczalnikami do tego celu są benzol, podstawione alkilem benzole, cykloheksan, podstawiona alkilem i uwodorniona naftalina, parafina i chlorowana parafina.

Dalszym znanym sposobem otrzymywania sproszkowanych tworzyw sztucznych jest mieszanie ich z mieszaniną rozpuszczalnik — nierozpuszczalnik i ogrzewanie tej mieszaniny do wysokiej temperatury podczas mieszania. Do wytwarzania proszku polietylenowego stosuje się na przykład mieszaninę węglowodorów takich jak eter naftowy, cykloheksan, benzol, oktan lub ksylol z silnie biegunowym rozpuszczalnikiem takim jak glikol etylenowy, etanol, metanol lub alkohol butylowy.

Jeszcze inny znany sposób polega na wprowadzeniu do roztworu tworzywa sztucznego nie rozpuszczającego go rozpuszczalnika w takiej temperaturze, że tworzywo sztuczne wytrąca się jako ziarnisty proszek a rozpuszczalnik wyparowuje.

Wreszcie znany jest sposób otrzymywania sproszkowanego tworzywa sztucznego przez ochładzanie gorącego roztworu nasyconego.

Wszystkie wyżej wymienione sposoby uwarunkowane są uprzednim procesem rozpuszczenia

tworzywa sztucznego i związanego z tym usunięcia rozpuszczalnika, co powoduje trudności technologiczne ze względu na dużą powierzchnię cząstek tworzywa sztucznego i ograniczenie temperatury, którą można stosować. Jednak całkowite usunięcie rozpuszczalnika jest niezbędne dla wszechstronnego zastosowania proszku.

Znane są poza tym sposoby wytwarzania sproszkowanego tworzywa sztucznego przez rozpryskiwanie stopionego tworzywa w wieży chłodniczej. Sposób ten wymaga dużej ilości gazu obojętnego, co powoduje duże koszty.

Można także otrzymać proszek polietylenowy z reakcji pod wysokim ciśnieniem przez rozprężenie mieszaniny reakcyjnej. Sposób ten jest jednak bardzo niebezpieczny ze względu na powstające przy rozprężaniu ciśnienie atmosferyczne 1500 at. i możliwość powstawania elektrostatycznego ładunku. Poza tym gęstość nasypowa produktu jest zawsze niska.

Celem wynalazku jest usunięcie wymienionych wyżej niedogodności i opracowanie łatwego i ekonomicznego sposobu umożliwiającego wytwarzanie drobnoziarnistego proszku z tworzyw sztucznych lub wosków bez niebezpieczeństwa pozostawiania elektrostatycznego ładunku.

Sposób według wynalazku polega na tym, że stopione tworzywo sztuczne lub wosk miesza się energicznie z wodą pod ciśnieniem atmosferycznym i mieszaninę rozpręża się w temperaturze powyżej temperatury topnienia tworzywa sztucznego przy jednoczesnym ochładzaniu.

Ilość gorącej wody wynosi najkorzystniej więcej niż 80% wagowo mieszaniny tworzywa sztucznego lub wosku z gorącą wodą. Chłodzenie prowadzi się korzystnie powietrzem lub wodą.

Rozprężanie mieszaniny przeprowadza się poprzez dyszę mieszającą w separatorze, co zapewnia szczególnie dobre zmieszanie środka chłodzącego z rozprężaną mieszaniną tworzywa sztucznego lub wosku i gorącej wody.

Sposób według wynalazku jest bliżej wyjaśniony na podstawie urządzenia uwidocznionego na rysunku.

Płynne tworzywo sztuczne lub płynny wosk pobiera się za pomocą pompy, na przykład pompy zębatej z wylączarki ślimakowej umieszczonej w ogrzewanym zbiorniku ciśnieniowym lub bezpośrednio ze znajdującego się pod ciśnieniem oddzielacza produktu przeznaczonego do syntezy i doprowadza przez dyszę wtryskową 1 do rury mieszalniczej 3, przy czym jednocześnie przez rurę doprowadzającą 2 doprowadza się gorącą wodę. Rura 3 wykonana jest w ten sposób, że powoduje turbulentny przepływ, a tym samym intensywne zmieszanie stopionego tworzywa sztucznego lub wosku z gorącą wodą. W miejscu przyłączenia rury 3 następuje rozprężenie poprzez dyszę mieszalniczą 4 do oddzielacza 5, przy którym znajduje się króciec 6 do doprowadzania wody lub powietrza chłodzącego oraz rura odprowadzająca 7 dla mieszaniny proszku z wodą, a ponadto kanał wyciągowy 8 do pary i powietrza.

Sposób według wynalazku jest bardzo łatwy technologicznie i z tego względu może być prze-

prowadzany bez dużego nakładu kosztów. Wymaga on tylko rozdzielania proszku od wody, to jest procesu filtrowania i suszenia w znany sposób jak na przykład filtrowania na filtrze obrotowym i suszenia przepływowego. Przez zmianę temperatury i ilości gorącej wody można wytwarzać proszek o wielkości ziarna do 30μ , z dużą wydajnością przerobu.

Przykład I. Z oddzielacza wysokociśnieniowego do polietylenu znajdującego się pod ciśnieniem 250 at. odciąga się w temperaturze 240°C przez zawór denny 15 kg stopionego polietylenu na godzinę i doprowadza się przez dyszę wtryskową do rury mieszalniczej o długości 3 m i średnicy wewnętrznej 3 mm, oraz do tymczasowego urządzenia składającego się z trzech wybruszonych rozszerzeń o średnicy 40 mm i długości 150 mm. Jednocześnie doprowadza się do rury mieszalniczej 165 kg gorącej wody pod ciśnieniem 30 at. o temperaturze 265°C . Otrzymaną w ten sposób mieszaninę polietylenu z wodą rozpręża się pod normalnym ciśnieniem poprzez dyszę mieszalniczą do oddzielacza 4 o długości 4 m i średnicy 0,4 m. Jednocześnie z zamkniętego obiegu kondensacyjnego doprowadza się do oddzielacza co godzinę 2 m^3 kondensatu o temperaturze 20°C przeznaczonej do chłodzenia, tak że w zbiorniku tworzy się welon wodny. Kondensat razem z utworzonym drobnoziarnistym proszkiem polietylenowym odprowadza się w sposób ciągły przez rurę odpływową i oddziela od proszku w filtrze obrotowym. Proszek etylenowy po zebraniu z filtru obrotowego poddaje się suszeniu przepływowemu. Kondensat ochładza się i doprowadza z powrotem do zamkniętego obiegu. Otrzymuje się proszek polietylenowy ilościowo w stosunku do użytego stopionego tworzywa sztucznego, przy czym 70% wagowych otrzymanego proszku ma wielkość ziarna od 15 do 20μ , zaś 30% nadaje się zwłaszcza do spiekania fluidyzacyjnego.

Przykład II. Z oddzielacza wysokociśnieniowego pobiera się przez zawór denny co godzinę 184 g wosku polietylenowego o temperaturze topnienia $109 - 115^{\circ}\text{C}$ i twardości 572 kg/cm^2 i w temperaturze 240°C doprowadza się do urządzenia opisanego w przykładzie I. Do rury mieszalniczej doprowadza się jednocześnie 150 kg wody gorącej znajdującej się pod ciśnieniem 30 at. o temperaturze 265°C . Rozprężanie mieszaniny, dodawanie kondensatu i oddzielanie proszku woskowego odbywa się jak w przykładzie I.

Otrzymuje się proszek wosku etylenowego w ilości odpowiadającej wprowadzonemu stopionemu woskowi, przy czym 70% wagowych otrzymanego proszku ma wielkość ziarna od 10 do 18μ , zaś 50% wielkość ziarna od 13 do 30μ . Gęstość nasypowa wynosi 545 g/litr .

Otrzymany proszek nadaje się zwłaszcza jako komponent zastępujący częściowo parafinę.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania proszku z termoplastycznych tworzyw sztucznych lub z wosków, które rozpylone w stanie ciekłym są stabilne względem

gorącej wody o temperaturze leżącej powyżej zakresu ich topnienia, **znamienny tym**, że stopione tworzywo sztuczne lub воск miesza się ze znajdującą się pod ciśnieniem atmosferycznym gorącą wodą, po czym mieszaninę rozpręża się w temperaturze powyżej punktu topnienia termoplastycznego tworzywa sztucznego lub wosku przy jednoczesnym ochłodzeniu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się gorącą wodę w ilości większej niż 80% wagowych mieszaniny tworzywa sztucznego lub wosku z gorącą wodą.
- 5 3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że mieszaninę chłodzi się powietrzem lub wodą.
4. Sposób według zastrz. 1 — 3, **znamienny tym**, że mieszaninę rozpręża się w dyszy mieszalniczej.

