



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209246

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 F 13/10

(22) Přihlášeno 22 06 79
(21) (PV 4305-79)

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 01 05 83

(75)

Autor vynálezu

KODÝTEK VILÉM a LINHART BOHUSLAV, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob promíchávání vsádek tvořených koncentrovanými suspenzemi pevných látek v kapalinách a zařízení k provádění tohoto způsobu

Cílem vynálezu je nalezení vhodného postupu k promíchávání hustých suspenzí pevných látek v kapalinách, které se chovají jako nenewtonské kapaliny. Promíchávání takových systémů způsobuje v chemických výroбах často značné problémy.

Podle vynálezu se suspenze, u nichž je hustota pevné fáze vyšší než hustota kapalné fáze, promíchávají kombinací mechanického a pneumatického působení tak, že se do suspenze promíchávané míchadlem se skloněnými lopatkami, které vyvoluje sestupný tok suspenze, zavádí nejvýše v úrovni míchadla mimo jeho osu z jednoho nebo několika diskretních zdrojů proud inertního plynu nebo plynu reagujícího se složkami suspenze.

Příklad zařízení k provádění tohoto postupu znázorňuje obr. 3, kde je část reaktoru s míchadlem a jednou, šterbinou opatřenou, trubicí k přivodu plynu, nesenou nárazkou.

Vynález se týká způsobu promíchávání vsádek tvořených koncentrovanými suspenzemi pevných látek v kapalině, především za účelem zvýšení přestupu tepla ze stěn nádoby do vsádky a přestupu hmoty uvnitř vsádky, kombinací mechanického a pneumatického působení a zařízení k provádění tohoto způsobu. Řešení se týká případu, kdy hustota pevné fáze je vyšší než hustota kapalné fáze.

Pro suspendování částic pevné fáze v kapalinách jsou doporučována rychloběžná axiální míchadla, s výhodou umístěná blízko dna nádoby. V hustých suspenzích však i tato míchadla selhávají. Vsádka je ztekucována pouze v okolí míchadla, zatímco v jiných místech nádoby jsou prakticky statické prostory. Sdílení tepla za těchto podmínek probíhá extrémně pomalu a ve vsádce se vytvářejí značné teplotní, případně i koncentrační gradienty, nepříznivé zvláště v případech, kdy ve vsádce probíhá chemická reakce. Pro velmi husté suspenze se ukazují jako výhodnější pomaloběžná míchadla šneková, kotvová apod. Ani použití takových míchadel však nevede k výraznějšímu zlepšení přestupu tepla. Navíc u takových míchadel s velkou plochou nebo velkým momentem je značné nebezpečí utržení spojky míchadla při spouštění, a to zejména např. při extrakcích, kdy se ze vsádky odděluje kapalná fáze a nahrazuje i několikrát novou.

Jiným způsobem promíchávání suspenzí je pneumatické promíchávání, které se používá např. při loužení rud nebo při srážecích reakcích. Promíchávacím médiem je obvykle plyn, který se účastní srážecí reakce, popř. inertní plyn. Vhodnou vestavbou do nádoby, např. trubicí umístěnou v ose nádoby nad zdrojem plynu, lze vyvodit cirkulační pohyb suspenze. Ačkoli se udává, že tento způsob promíchávání je vhodný i pro dosti koncentrované suspenze, ukazuje se, že v případě hustých suspenzí ve skutečnosti selhává. Navíc se nehodí k promíchávání systémů, u nichž probíhá přestup tepla ze stěn nádoby.

Je známá kombinace mechanického promíchávání a probublávání v případě heterogenních reakcí v systému plyn–kapalina, popřípadě plyn–kapalina–pevná látka (katalyzátor). V tomto případě se však usiluje o rovnoměrné rozdělení a dokonale dispergování plynu v objemu kapaliny. Mechanické promíchávání se pak někdy připojuje za účelem zvýšení doby prodlení plynu v kapalině, tj. zvýšení mezifázové plochy. V nejjednodušším uspořádání se plyn zavádí z diskretního zdroje umístěného v ose míchadla, častější jsou však síťová nebo děrovaná dna (patra) nebo soustavy horizontálně uložených děrovaných trubek, vytvářející prakticky plošný zdroj plynu apod. Ukazuje se však, že zavádění plynu pod míchadlo snižuje jeho příkon a nepřispívá proto ani k zvýšení přestupu tepla a k homogenizaci kondenzované fáze. Plošný zdroj plynu nebo dispergační prstenec v některých případech přispívá k zvýšení přestupu tepla a homogenizaci, u koncentrovaných suspenzí však rovněž z tohoto hlediska selhává.

K dosažení vyšší intenzity přestupu tepla a hmoty se rovněž užívá vibračního ztekucování, s nímž se dosahuje snížení zdánlivé viskozity koncentrovaných suspenzí. Pracuje se při tom v průtočném uspořádání, například v kolonách s vibrující stěnou pro systém plyn–suspenze. Ztekucování je, zde však lokalizováno jen na tenkou vrstvu v okolí vibrujícího elementu a pro vsádkové uspořádání je tudíž nepoužitelné.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob promíchávání vsádek tvořených koncentrovanými suspenzemi pevných látek v kapalině, u nichž je hustota pevné fáze větší než hustota kapalné fáze a střední charakteristický rozměr částic pevné fáze větší než 0,1 mm, kombinací mechanického a pneumatického působení, podle vynálezu, který spočívá v tom, že se ve vsádce vyvozuje mechanickým působením rotujících skloněných lopatek sestupný tok suspenze a zároveň se vsádka probublává inertním plynem, například vzduchem, dusíkem, oxidem uhličitým apod. nebo plynem reagujícím s kapalnou nebo pevnou fází suspenze, například oxidem sírovým zředěným inertním plynem, oxidem uhličitým, siřičitým apod., přiváděným do spodní části vsádky, nejvýše v úrovni lopatek, mimo osu rotace lopatek v jednom nebo několika diskretních proudcích. Zařízení podle vynálezu sestává z válcové nádoby s míchadlem a jeho podstata spočívá v tom, že ve válcové nádobě mimo osu nádoby a míchadla je umístěna nejméně jedna trubka k přívodu plynu, opatřená ve spodní části nádoby, nejvýše v úrovni míchadla, otvorem nebo otvory a míchadlem je axiální míchadlo s třemi nebo šesti lopatkami. Použije-li se alespoň dvou svislých trubek k přívodu plynu, mohou být zároveň uzpůsobeny jako narážky pro usměrnění toku nebo umístěny na nosnících sloužících zároveň jako narážky. Tato úprava má význam tehdy, mění-li se během pochodu značně konzistence vsádky. Oproti dosavadním postupům umožňuje postup podle vynálezu a příslušné zařízení dobrou homogenizaci vsádek koncentrovaných suspenzí, zejména zajišťuje dobrý přístup tepla ze stěn nádoby a v objemu vsádky. Prakticky je odstraněna možnost utržení spojky při spouštění míchadla. (Termín vsádka je tu použit nejen pro systémy, do nichž se jednorázově dávají složky suspenze, nýbrž i pro takové promíchávané systémy, jimiž suspenze nebo některé její složky protékají.)

K vymezení pojmu koncentrované suspenze uvádíme, že při suspendování pevných částic v mechanicky promíchávané kapalině se vliv koncentrace částic na intenzitu míchání, resp. přestup tepla při nižších koncentracích neprojevuje, popřípadě vlivem částic se přestup tepla ještě mírně zvyšuje. S dalším zvyšováním koncentrace pevné fáze asi na 10 až 30 % obj. (v závislosti na poměru hustot a dalších parametrech) dochází k poklesu intenzity promíchávání a přestupu tepla. Pro takové suspenze již lze s výhodou použít způsob podle tohoto vynálezu. Horní mez koncentrace suspenze je omezena prakticky jen objemem mezer vrstvy

pevné fáze jako minimálním limitním objemem kapalné fáze, nezbytným pro vznik suspenze. Např. v zařízení s šesti zdroji vzduchu, opatřeném šestilopátkovým axiálním míchadlem se dobře promíchává suspenze pevných kulových částic o středním průměru 1,25 mm, při poměru hustot pevné a kapalné fáze (vody) 1,19 : 1, v níž objem kapalné fáze je jen o 10 % větší než objem volně sypané vrstvy těchto částic, tj. v poměru k objemu pevné fáze 1 : 2,2.

Uvádění plynu do suspenze z diskretního zdroje vede k nerovnoměrnému, neustálenému prostupu bublin plynu vrstvou suspenze a tím k vyvolání tečných napětí, příznivých pro její ztekucování, obdobně jako v případě vibrujících elementů. Na rozdíl od nich není tu však ztekucování omezeno do těsné blízkosti zdroje. Plyn se uvádí do suspenze nejvýše v úrovni míchadla, ve vzdálenosti nejméně třetiny průměru míchadla od osy míchadla a nádoby, s výhodou ve vzdálenosti čtvrtiny až třetiny průměru nádoby od této osy. Přiváděný plyn kromě ztekucování suspenze přispívá společně s mechanickým míchadlem k vyvození cirkulačního pohybu suspenze. Popsaného účinku se většinou dosáhne již při použití jediného diskretního zdroje plynu, vhodnější je však použití tří až šesti zdrojů, pravidelně rozmístěných kolem osy nádoby a míchadla. Při práci v nádobách o průměru do 2 m nemá smysl zvyšovat počet zdrojů nad 8 až 10. Při stejném celkovém průtoku plynu naopak vede většinou k lepšímu efektu použití menšího počtu zdrojů s vyšším průtokem plynu (vztaženo na jeden zdroj). Často není nezbytné zavádět plyn do vsádky po celou dobu pochodu, někdy je možno vsádku probublávat přerušovaně. Lze též jednotlivé zdroje plynu zapojovat střídavě nebo postupně.

Způsob podle vynálezu byl vyzkoušen pro případ průběhu chemické reakce mezi fázemi při aminaci perlového chlormethylovaného kopolymeru styrenu s divinylbenzenem v prostředí tvořeném roztokem vody, methylalu, methanolu a aminu. Při této reakci dochází k velkému vzrůstu hmotnosti i objemu perli na úkor aminu obsaženého v kapalně fázi, jakož i na úkor kapalných složek zaplňujících mikropóry polymeru. Při použití samotného axiálního míchadla dochází v jisté fázi pochodu ke vzniku nepromíchávaných oblastí, které postupně narůstají do většiny objemu vsádky. Za tohoto stavu je přestup tepla z duplikátoru reaktoru do vsádky velice pomalý. Dochází tak k zbytečným ztrátám energie a prodloužení doby trvání pochodu. Může též dojít k místnímu přehřátí vsádky v okolí pláště reaktoru a tím k snížení kvality produktu. Přidávání vody k naředění suspenze má své meze vzhledem k citlivosti reakce na koncentraci aminu, a navíc většinou nedává velný efekt. Jestliže se však suspenze míchá způsobem podle vynálezu, není většinou nutné přidávat do reakční směsi vodu (pokud objem kapalně fáze zbotnáním polymeru a oddestilováním těkavých složek ne-

klesne na hranici danou mezerovitostí pevné fáze); promíchávání je dostatečné a přestup tepla intenzivní.

Příklady provedení zařízení podle vynálezu jsou znázorněny na připojených výkresech, kde obr. 1 představuje schema reaktoru s třílopatkovým vrtulovým míchadlem a třemi svislými trubkami, obr. 2 půdorys téhož reaktoru a obr. 3 část reaktoru s trubicou upevněnou na nosníku – narážce.

V obrázcích je 1 plášť reaktoru, 2 míchadlo, 3 trubka k přívodu plynu, 4 otvory, 4' filtrační tkanina a 5 nosník trubky. Trubky 3 pro přívod plynu do suspenze lze napájet např. z prstence umístěného pod víkem reaktoru. Mají-li být průtoky jednotlivými trubicami 3 ovladatelné, musí mít každá z trubek 3, popřípadě každá dvojice trubek 3 samostatný regulovatelný přívod plynu. Otvory 4 jsou konstruovány jako úzké štěrby, kruhové otvory malého průměru, popř. jako trysky. Dochází-li k botnání částic pevné fáze během pochodu, je vhodnější volba větších otvorů, potažených tkaninou, neboť malé otvory mohou být ucpány botnajícími částicemi. Lze též použít jiných plynopropustných hmot, např. typu frit apod.

Příklad

K aminaci chlormethylovaného kopolymeru pyridinem v roztoku s vodou, methylalem a methanolem v počátečním množství 500 kg kopolymeru (mokrého) a 1200 kg kapalně fáze, z toho 300 kg methylalu, se použije reaktor znázorněný na obr. 1. Jedna ze svislých trubek 3 slouží zároveň jako ponorná nuč pro odfiltrování kapaliny po aminaci a při promývání polymeru.

Směs se nejprve míchá za postupného oddestilování methylalu, během něhož se do suspenze přidá 100 l vody, pouze mechanickým míchadlem 2. Po vydestilování methylalu se směs dále vyhřívá, přičemž se zároveň probublává dusíkem z jedné trubky 3. Zbylé dvě přívodní trubky 3 jsou mimo činnost. Po oddestilování části methanolu, asi po 6 h od počátku destilace methylalu, se uvedou v činnost všechny tři zdroje dusíku a suspenze se ochladí. Po odfiltrování kapalně fáze se směs promyje několikrát vodou, přičemž se užije všech tří zdrojů dusíku.

Ochlazení z 68 °C na 30 °C trvá 30 min., perle polymeru jsou dobře vymyty od organických kapalin už po dvou cyklech s užitím à 400 l vody a produkt je rovnoměrně naaminován.

Postup podle vynálezu a příslušné zařízení lze použít k promíchávání koncentrovaných suspenzí při reakcích mezi kapalnou a pevnou fází, při srážecích, popř. i krystalizačních pochodech, při rozpouštění zrnitých hmot, v některých případech i při reakci mezi plynnou a kondenzovanou fází (např. při sulfonaci zrnité pryskyřice v prostředí organického botnadla oxidem sírovým), při iontové výměnných nebo katalytických pochodech na měnících iontů apod.

209246

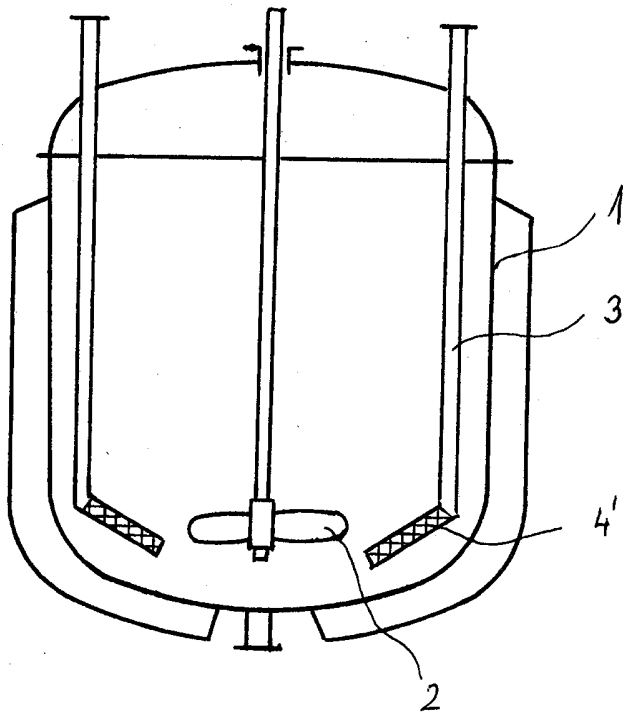
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob promíchávání vsádek tvořených koncentrovanými suspenzemi pevných látek v kapalinách, u nichž je hustota pevné fáze větší než hustota kapalné fáze a střední charakteristický rozměr částic pevné fáze větší než 0,1 mm, kombinací mechanického a pneumatického působení, vyznačený tím, že se ve vsádce vyvozuje mechanickým působením rotujících skloněných lopatek sestupný tok suspenze a zároveň se vsádka probublává plynem, přiváděným do spodní části vsádky, nejvýše v úrovni lopatek, mimo osu rotace lopatek v jednom nebo několika diskretních proudech.

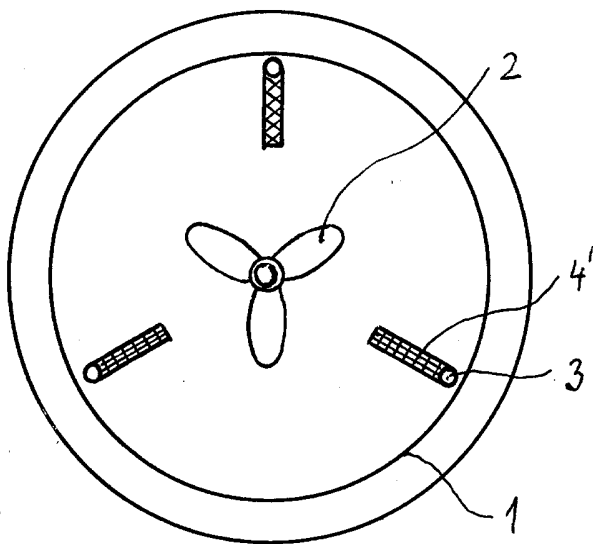
2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, tvořené válcovou nádobou opatřenou míchadlem, vyznačené tím, že ve válcové nádobě (1) mimo osu nádoby (1) a míchadla (2) je umístěna nejmeně jedna trubka (3) k přívodu plynu, opatřená ve spodní části nádoby (1), nejvýše v úrovni míchadla (2), otvorem nebo otvory (4) a míchadlo (2) je axiální míchadlo s třemi nebo šesti lopatkami.

3. Zařízení podle bodu 2 vyznačené tím, že nejmeně dvě z trubek (3) jsou uzpůsobeny jako narážky pro usměrnění toku nebo jsou umístěny na nosnících (5) sloužících zároveň jako narážky.

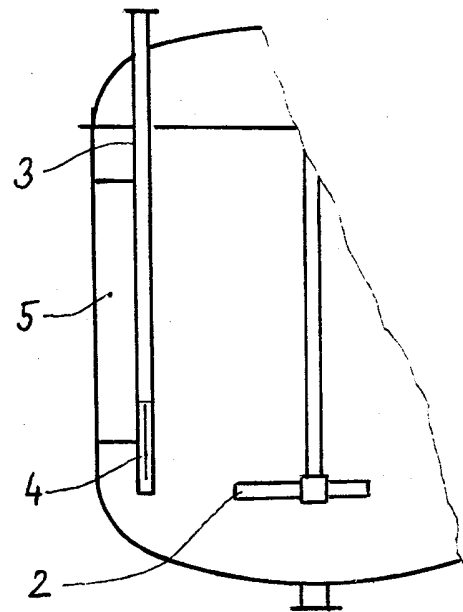
3 výkresy



Obr. 1



Obr. 2



Obr. 3