



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201 972

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ C 08 F 6/10

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 09 04 79

(21) PV 2393-79

(40) Zverejnené 31 03 80

(45) Vydané 31 01 83

(75)

Autor vynálezu VANKO MILAN ing. CSc., PRIEVIDZA

RICHTER JÁN ing.,

HAGARA ANTON ing., BOJNICE

ŠIŠMIŠ ĽUDOVÍT ing., PRIEVIDZA

KOHÚT ANTON dipl.tech., DIVIACKA NOVÁ VES a

SMEJKAL VÁCLAV ing., PRIEVIDZA

(54) Spôsob kontinuítnej demonomerizácie disperzií a zariadenie na jeho uskutočňovanie

Predmetom vynálezu je spôsob a zariadenie pre technicky a ekonomicky efektívnu demonomerizáciu disperzií s použitím zariadenia v podstate bežného typu, pričom obsah monoméru sa rádovo znižuje až na niekoľko ppm.

Demonomerizácia sa uskutočňuje tak, že privádzaná disperzia o teplote 30 až 70 °C sa v prvom stupni ohreje protiprúdne privádzanou parou z druhého stupňa na teplotu 80 až 100 °C a v druhom stupni sa uskutočňuje vlastná demonomerizácia v podstate za izotermických podmienok pri teplote disperzií blízkej teplote získanej v prvom stupni protiprúdne privádzanou parou opakovane distribuovanou do disperzie a takto upravená disperzia sa vedie na ďalšie spracovanie, pričom parná fáza z prvého stupňa sa odvádza až za prívodom disperzie homo- alebo kopolymérov vinylchloridu.

Predmetom vynálezu je spôsob a zariadenie pre technicky a ekonomicky efektívnu demonomerizáciu disperzií s použitím zariadenia v podstate bežného typu, pričom obsah monoméru sa rádovo znižuje až na niekoľko ppm.

V posledných rokoch, potom čo sa zistili karcinogénne vlastnosti vinylchloridu, venuje sa veľká pozornosť odstraňovaniu najnebezpečnejších zbytkov nezreagovaného monoméru vo vyrábaných homo- a kopolyméroch vinylchloridu, aby vyrábané produkty neboli zdraviu škodlivé. Na odstraňovanie zbytkov monoméru sa používa mnoho rôznych spôsobov a zariadení, ktoré sa od seba líšia špeciálnym použitím, účinnosťou a efektívnosťou prevádzky. K najrozšírenejším spôsobom a zariadeniam patrí stripovanie monoméru vodnou parou v desorpčných kolónach so sitovými alebo mierne modifikovanými dierovanými etážami. Tak napr. podľa USA pat. č. 3 454 542 sa na demonomerizáciu polyvinylchloridu používa desorpčná kolóna s vychyľovacími etážami. Predmetom DOS č. 2 552 683 je v podstate proces desorpcie vinylchloridu so suspenziou polyvinylchloridu v kolóne so sitovými etážami. Podľa čs. autorského osvedčenia č. 196 386 sa používajú sitové etáže s vyššou vstupnou prepážkou, ako je norma, pričom sa sitová etáž rieši tak, aby zaťaženie plochy etáže bolo v rozmedzí 5 až 35 m³/m² plochy etáže a aby rýchlosť suspenzie v odvádzacej šachte bola v rozmedzí 0,05 až 0,1 m/s. Pri týchto podmienkach nedochádza k usadzovaniu tuhých častíc. Pri predohriatí disperzie na 60 až 90 °C sa na stripovanie spotrebuje 30 až 100 kg pary/m³ disperzie. Rozmedzie kontaktnej doby na odstránenie monoméru je 1 až 30 minút. Pri desorpcii nedochádza k zhoršeniu kvality polyméru a obsah monoméru v disperzii možno znížiť až na 1 ppm. Podmienky závisia v prvom rade od typu vyrábaného polyméru.

Tento rozšírený spôsob stripovania monoméru v desorpčnej kolóne so sitovými etážami je účinný a pomerne ľahko prevádzkovateľný. Má aj svoje nevýhody, ktoré spočívajú v zanášaní tzv. hluchých častí etáží, a hlavne vo vysokej špecifickej spotrebe stripovacej pary a v obtiažnom regenerovaní desorbovaného monoméru.

Tieto hlavné nevýhody sú odstránené postupom podľa tohoto vynálezu, pri ktorom sa spôsob kontinuítnej demonomerizácie disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pri zvýšenej teplote stripovaním priamou parou protiprúdne distribuovanou uskutočňuje tak, že privádzaná disperzia o teplote 30 až 70 °C, s výhodou 50 až 60 °C, sa v prvom stupni ohreje protiprúdne privádzanou parou z druhého stupňa na teplotu 80 až 100 °C a v druhom stupni sa uskutočňuje vlastná demonomerizácia v podstate za izotermických podmienok pri teplote disperzií blízkej teplote získanej v prvom stupni protiprúdne privádzanou parou opakovane distribuovanou do disperzie a takto upravená disperzia sa vedie na ďalšie spracovanie, pričom parná fáza z prvého stupňa sa odvádza až za prívodom disperzie homo- alebo kopolymérov vinylchloridu.

Účelne sa postup realizuje na zariadení na princípe sitovej kolóny, kde vlastné desorpčné zariadenie pozostáva z priameho výmenníka tepla a sitovej kolóny konštrukčne spojených prechodom, pričom horizontálne plochy jednotlivých etáží sú opatrené po celej ploche otvormi a na horizontálnej ploche je uchytená zvislá prepážka, pričom na spodok vlastného desorpčného zariadenia je zapojený privod pary a odvodné potrubie, s výhodou napojené na tepelný výmenník, ktorý je výstupným potrubím zapojený na hornú časť výmenníka tepla vlastného desorpčného zariadenia, na ktorom je nad miestom jeho privodu odvodné potrubie pre parnú fázu.

Uvedený spôsob demonomerizácie disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu a zariadenie na uskutočnenie tohoto spôsobu má prekvapujúci účinok na zvýšenie účinnosti etáží a na zvýšenie pracovného rozsahu stabilného chodu kolóny pri veľmi nízkej špecifickej spotrebe pary na demonomerizáciu. Vysvetlenie tohoto pozitívneho vplyvu nie je jednoznačné. Ščasti ho možno pripísať uvedeným špecifickým konštrukčným úpravám, vytvárajúcim priaznivé podmienky pre intenzívny prestup tepla a hmoty medzi tuhými časticami polyméru, kvapalnou a parnou fázou, ktorý má pre tento špecifický proces primárnu dôležitosť hlavne pri demonomerizácii polymérov citlivých na teplotu. Súčasne v dôsledku vysokého využitia stripovacej pary sa vytvárajú priaznivé podmienky pre ekonomickú regeneráciu desorbovaného monoméru. Okrem toho nové konštrukčné riešenie etáže prakticky vylučuje možnosť zanášania tuhými časticami polyméru.

Z hľadiska energetickej bilancie je výhodné na demonomerizáciu privádzať disperziu priamo z autoklávu alebo cez tepelne izolovaný medzizásobník.

Na rozdiel od iných postupov demonomerizácia sa uskutočňuje dvojstupňovo v účelne usporiadanom zariadení, pričom sa v prvom stupni privádzaná disperzia ohreje v podstate na teplotu blízku alebo zhodnú s teplotou demonomerizácie. Vlastná demonomerizácia sa uskutočňuje v podstate za izotermických podmienok, z čoho rezultuje i vysoká štandardná kvalita demonomerizovaných suspenzií.

Produkt je štandardný, pomerne dobre sa dá dodržiavať vopred zvolený technologický režim, dosahuje sa efektívnosť aj v pomerne nízkej spotrebe pary.

Vlastná desorpcia monoméru sa uskutočňuje na horizontálnych plochách sitových etáží 4 desorpčného zariadenia pomocou priamej pary privádzanej potrubím 7 pri kontaktnej dobe a teplotných podmienkach podľa typu vyrábaného polyméru resp. kopolyméru. Desorpčné zariadenie s horizontálnymi plochami sitových etáží 4 pozostáva z dvoch častí - z priameho výmenníka tepla 2 s najmenej jednou horizontálnou plochou etáží 4, ktorý je prechodom 3 spojený so sitovou kolónou 2 ako druhou časťou zariadenia. Na priamy tepelný výmenník 1 je zapojené výstupné potrubie disperzie 10, ktoré je súčasne aj výstupným potrubím z nepriameho tepelného výmenníka 2, v ktorom sa na pred-

hriatie privádzanej disperzie využíva teplo odvádzané z demonomerizovanej disperzie, ktorá sa týmto súčasne ochladzuje.

Vlastná desorpcia prebieha pri intenzívnom rozptyľovaní vodnej pary v disperzii polyméru, pretekajúcej na sitových etážach 4. Pri zariadení podľa vynálezu nie je sitová etáž 4 vystrojená bežne používanou vstupnou rozdeľovacou prepážkou, ale je po celej účinnej ploche 1 v priestore pod prepacom vymedzenou zvislou prepážkou 6 a obvodovým plášťom sitovej kolóny 2 opatrenej otvormi 5. Rovnakým spôsobom sú vystrojené i etáže priameho výmenníka tepla 1.

Uvedené príklady ilustrujú, ale nevymedzujú rozsah použitia pre rôzne druhy disperzií polyvinylchloridu a rôzne spracovávané množstvá.

Príklad 1

Na demonomerizáciu sa používa suspenzia polyvinylchloridu citlivého na teplotu. Vodná suspenzia kontinuálne privádzaná v množstve 550 l/h obsahuje 25 % hmot. tuhých častíc polyvinylchloridu. Obsah nezreagovaného monoméru činí 8 400 ppm. Desorpcia sa uskutočňuje kontinuálne na zariadení schématicky znázornenom na obr. 1. Desorpčné zariadenie je vystrojené sitovými etážami nasledujúcich základných rozmerov:

priemer etáže	158 mm
priemer otvorov	2 mm
celková plocha otvorov	11,48 % plochy etáže
výška prepadu	75 ± 30 mm
vzdialenosť medzi etážami	240 mm
prierez prepadu	17,09 cm ²
vstupný prierez suspenzie	
z prepadu na etáž	16,5 cm ²
dĺžka prepadovej prepážky	108 mm
zaťaženie plochy etáže	38,61 m ³ /m ² etáže, h
rýchlosť v prepade	0,089 m/s.

Privádzaná suspenzia sa najprv predohrieva v tepelnom výmenníku na teplotu 58 °C a potom sa vovádza do priameho výmenníka tepla na vrohu desorpčného zariadenia. Do spodu desorpčného zariadenia sa privádza para 0,6 MPa v množstve 27,0 kg/h. Desorpcia monoméru prebieha v desorpčnom zariadení pri teplotách 98 až 103 °C, pričom odchádzajúca vodná para s desorbovaným monomérom z väčšej časti skondenzuje pri styku s privedenou suspenziou na sitových etážach priameho výmenníka tepla, ktoré sú podobnej konštrukcie ako desorpčné etáže, ale o priemere 70 mm. Z priameho výmenníka tepla potom odchádza zmes vodnej pary a desorbovaného monoméru o koncentrácii cca 46 % hmot. Zo spodu desorpčného zariadenia odchádza odplynená suspenzia s obsahom monoméru pod 5 ppm pri kontaktnej dobe cca 2,5 minúty. Špecifická spotreba pary na desorpciu činí po odčítaní teoretické množstvá pary, potrebného na predhrev suspenzie na desorpčnú

teplotu, okolo 14 kg/m^3 suspenziu.

Príklad 2

Rovnaké zariadenie a postup ako v príklade 1 až na to, že sa privádzaná suspenzia predohrieva v tepelnom výmenníku iba na 49°C a pri tejto teplote sa vovádza do desorpčného zariadenia. Z nadstavca desorpčného zariadenia sa odvádza vodná para s obsahom cca 40 % hmot. monoméru. Špecifická spotreba pary vzrastá na hodnotu okolo 17 kg/m^3 suspenzie. Súčasne sa znižuje účinnosť desorpcie. Zo spodu desorpčného zariadenia odchádza odplynená suspenzia s obsahom monoméru 5 až 10 ppm pravdepodobne v dôsledku zhoršenej funkcie zariadenia pri zvýšenom prívode pary do spodu zariadenia v množstve $37,5 \text{ kg/h}$.

Príklad 3

Rovnaké zariadenie a postup ako v príklade 1 až nato, že privádzaná suspenzia sa predohrieva až na teplotu 70°C . Účinnosť sa dosahuje rovnaká ako v príklade 1. Špecifická spotreba pary sa zvyšuje na 26 kg/h (po odčítaní teoretickej spotreby na predohrev) a koncentrácia monoméru v odtahu z desorpčného zariadenia klesá na 20 % hmot.

Príklad 4

Na demonomerizáciu sa používa rovnaké zariadenie ako v príklade 1 s tým rozdielom, že otvory v prepádovej časti etáže sú zabliedované a na vstupe suspenzie z prepadu na etáž je umiestnená vstupná prepážka podľa bežne používaného konštrukčného riešenia sitevej etáže. Suspenzia sa privádza v množstve 550 l/h a predohrieva v tepelnom výmenníku na teplotu 60°C . Počiatočný obsah monoméru činí $11\,200 \text{ ppm}$. Desorpcia prebieha pri teplote 98°C až 103°C . Množstvo privádzanej priamej pary je $26,0 \text{ kg/h}$. Odchádzajúca suspenzia zo spodu desorpčného zariadenia obsahuje 25 až 30 ppm monoméru. Popri zhoršenej účinnosti desorpcie možno pozorovať väčšie kolísanie tlakového spádu, čo poukazuje na zhoršenú stabilitu zariadenia.

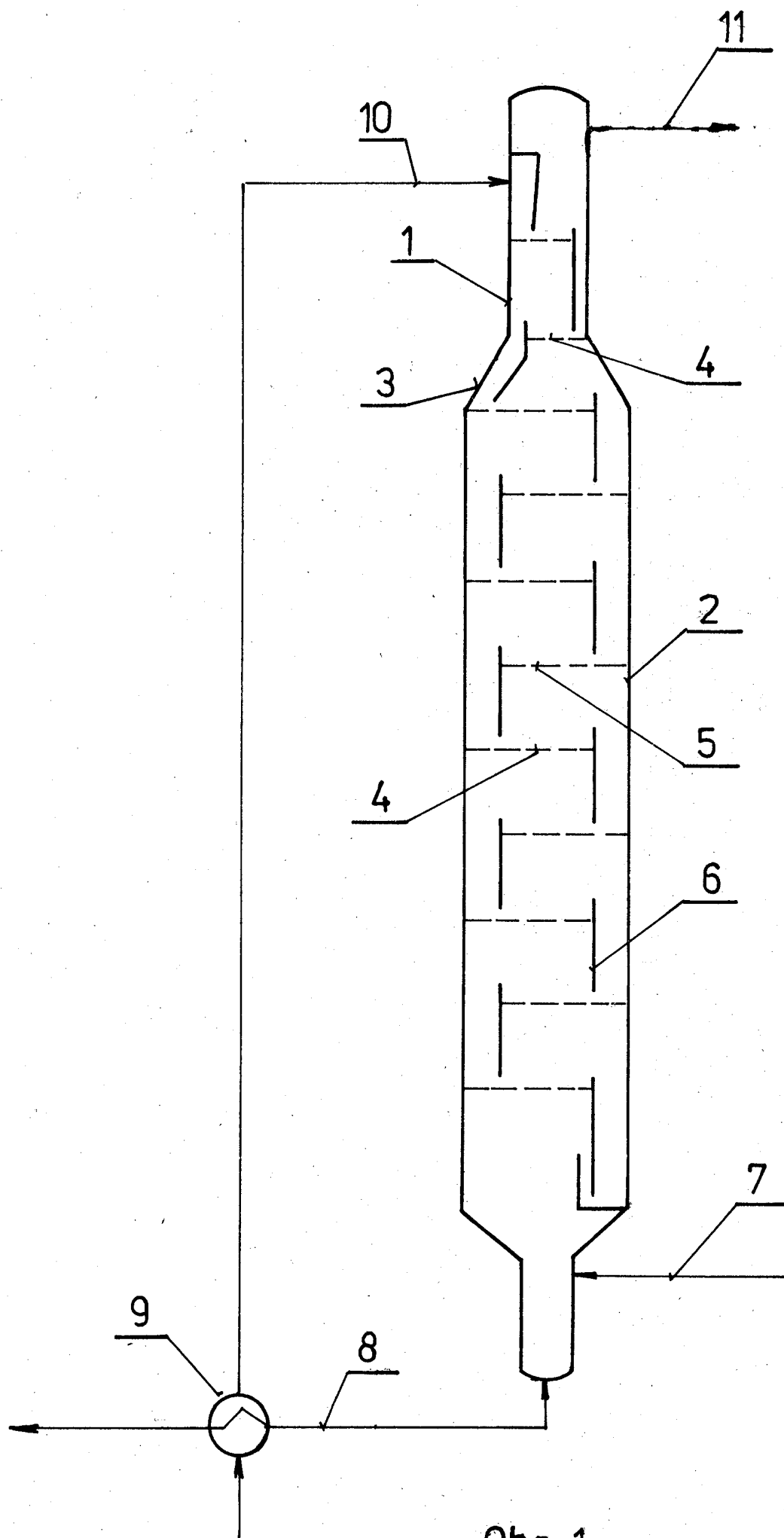
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob kontinuitnej demonomerizácie disperzií homo- alebo kopolymérov vinylchloridu pri zvýšenej teplote strieavaním priamou parou protiprúdne distribuovanou, vyznačujúci sa tým, že privádzaná disperzia o teplote 30 až 70°C , s výhodou

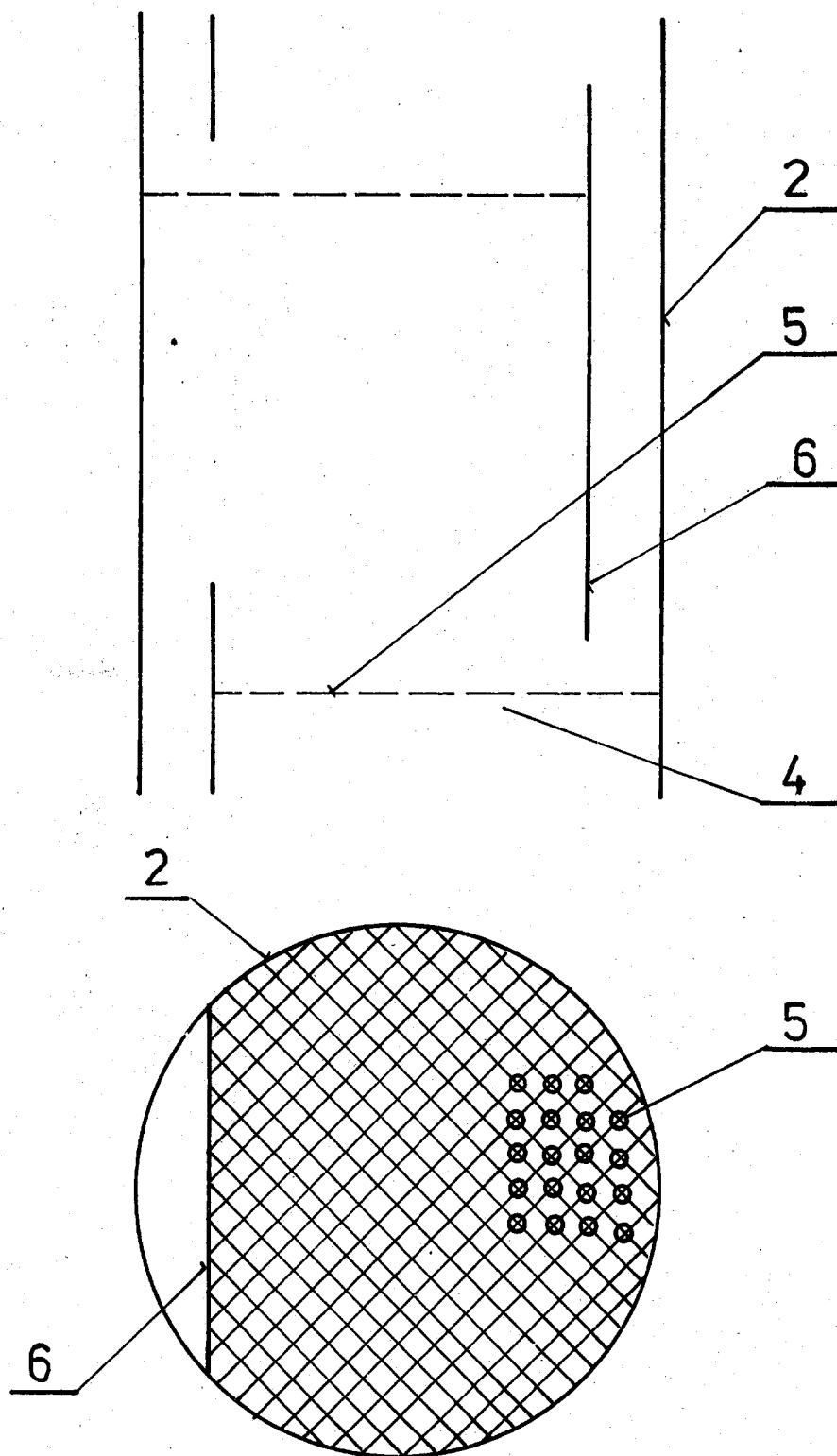
50 až 60 °C, sa v prvom stupni ohreje protiprúdne privádzanou parou z druhého stupňa na teplotu 80 až 100 °C a v druhom stupni sa uskutočňuje vlastná demonomerizácia v podstate za izotermických podmienok pri teplote disperzií blízkej teplote získanej v prvom stupni protiprúdne privádzanou parou opakovane distribuovanou do disperzie a takto upravená disperzia sa vedie na ďalšie spracovanie, pričom parná fáza z prvého stupňa sa odvádza až za prívodom disperzie homo- alebo kopolymérov vinylchloridu.

2/ Zariadenie na uskutočnenie spôsobu podľa bodu 1 na princípe sitovej kolóny, vyznačujúce sa tým, že vlastné desorpčné zariadenie pozostáva z priameho výmenníka tepla /1/ a sitovej kolóny /2/ konštrukčne spojených prechodom /3/, pričom horizontálne plochy jednotlivých etáží /4/ sú opatrené po celej ploche otvormi /5/ a na horizontálnej ploche je uchytaná zvislá prepážka /6/, pričom na spodok vlastného desorpčného zariadenia je zapojený prívod pary /7/ a odvodné potrubie /8/, s výhodou napojené na tepelný výmenník /9/, ktorý je výstupným potrubím /10/ zapojený na hornú časť výmenníka tepla vlastného desorpčného zariadenia, na ktorom je nad miestom jeho prívodu odvodné potrubie pre parnú fazu /11/.

2 výkresy



Обр 1



Obr. 2