



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 237 547 A5

4(51) G 01 N 11/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP G 01 N / 278 636 1
 (31) 84108401.5

(22) 16.07.85
 (32) 17.07.84

(44) 16.07.86
 (33) DE

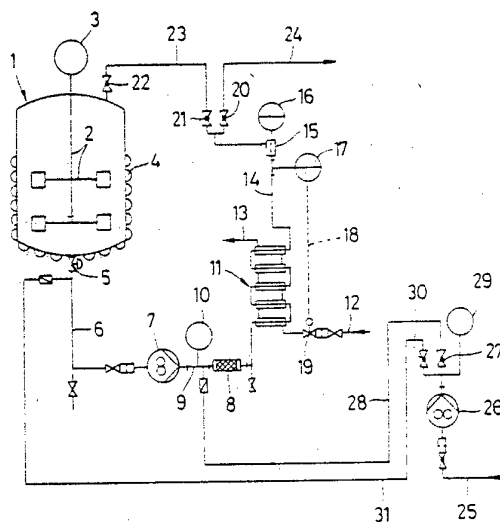
(71) siehe (73)

(72) Händel, Max D., DE

(73) RHE Händel Engineering GmbH, 5205 St. Augustin 1, DE

(54) Verfahren zur Viskositätsmessung von Kunstharz und Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens

(57) Zur Viskositätsmessung von Kunstharzen während des Prozeßablaufs bei der Herstellung der Kunstharze in einem Reaktor wird bisher ein kleiner Teilstrom des Kunstharzes aus dem Reaktor abgezogen und von diesem Teilstrom in Zeitabständen jeweils Einzelproben entnommen, die anschließend im Labor untersucht werden. Die Ergebnisse der Laboruntersuchung entscheiden über den weiteren Fortgang des Prozesses. Die Probeentnahme und Feststellung der Viskosität im Labor erfordert einen großen Zeitaufwand. Um ein Verfahren zur Viskositätsmessung zu schaffen, durch welches einmal jederzeit und ohne Zeitverzögerung die Viskosität des Kunstharzes im Reaktor festgestellt und zum anderen eine eindeutige Beziehung zu der Viskosität des Endproduktes hergestellt werden kann, wird vorgeschlagen, daß der Teilstrom kontinuierlich abgezogen und anschließend auf eine konstante Temperatur abgekühlt und kontinuierlich einem Durchlauf-Viskosimeter zugeführt wird. Figur



Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Viskositätsmessung von Kunstharzen während des Prozeßablaufes bei der Herstellung der Kunstharze in einem Reaktor, wobei ein kleiner Teilstrom des Kunstharzes aus dem Reaktor abgezogen wird, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Teilstrom kontinuierlich abgezogen und anschließend auf eine konstante Temperatur abgekühlt und kontinuierlich einem Durchlauf-Viskosimeter zugeführt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Teilstrom vom Durchlauf-Viskosimeter zum Reaktor zurückgeführt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 oder 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß dem Teilstrom ein Lösungsmittel kontinuierlich und in einem solchen bestimmten Verhältnis zugeführt und mit diesem gemischt wird, daß eine Übereinstimmung mit dem Endprodukt gegeben ist, und daß anschließend die Abkühlung vorgenommen wird.
4. Verfahren nach Punkt 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß der mit Lösungsmittel gemischte Teilstrom vom Durchlauf-Viskosimeter wahlweise zum Reaktor zurückgeführt oder einem Verdünnungsbehälter oder einem Auffangbehälter zugeleitet wird.
5. Verfahren nach Punkt 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß in Abhängigkeit von der Art des Kunstharzes soviel Lösungsmittel zugeführt wird, daß der Feststoffgehalt der Kunstharz-Lösung dem Endprodukt entsprechend im Normalfall 50% bis 70% beträgt.
6. Verfahren nach einem der Punkte 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß die kontinuierlich gemessene Viskosität angezeigt, registriert und als prozeß-technische Kenngröße zur automatischen Prozeßsteuerung des Reaktors, insbesondere zum Abbruch des Prozesses durch Einleitung der Kühlung des Reaktors verwendet wird.
7. Verfahren nach einem der Punkte 3 bis 6, **gekennzeichnet dadurch**, daß kontinuierlich die Temperatur und das Mischungsverhältnis bzw. der Feststoffgehalt des Teilstromes überwacht und ggf. geregelt werden.
8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Punkte 1 bis 7, mit einem Reaktor (1) (Reaktionskessel) sowie einer Abzweigung (6, 9, 14) für einen kleinen Teilstrom des Kunstharz-Reaktorinhalts und mit einer Förderpumpe (7) in der Abzweigung, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Abzweigung (6, 9, 14) einen als Kühler dienenden Wärmeaustauscher (11) aufweist und in Strömungsrichtung nach dem Wärmeaustauscher (11) an ein Durchlauf-Viskosimeter (15) (Viskositätsmeßgerät) angeschlossen ist.
9. Vorrichtung nach Punkt 8, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Förderpumpe (7) stufenlos regelbar eingerichtet ist, so daß ein gewünschter konstanter Teilstrom einstellbar ist.
10. Vorrichtung nach Punkt 8 oder 9, **gekennzeichnet dadurch**, daß an die Abzweigung (9) zwischen Förderpumpe (7) und Wärmeaustauscher (11) eine Lösungsmittelzuleitung (25, 28) mit einer Dosierpumpe (26) angeschlossen ist.
11. Vorrichtung nach Punkt 10, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Abzweigung (6, 9, 14) einen stationären (statischen) Mischer (8) für den Teilstrom und das Lösungsmittel aufweist.
12. Vorrichtung nach Punkt 11, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Mischer (8) als Einzelgerät im Bereich zwischen der Anschlußstelle der Lösungsmittelzuleitung (28) und dem Wärmeaustauscher (11) vorgesehen ist.
13. Vorrichtung nach Punkt 11, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Mischer als Verdrängerkörper innerhalb des Wärmeaustauschers (11) ausgebildet ist.
14. Vorrichtung nach einem der Punkte 8 bis 13, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Wärmeaustauscher (11) mit einer Temperaturregelungsvorrichtung (17, 18, 19) ausgestattet ist.
15. Vorrichtung nach einem der Punkte 8 bis 14, **gekennzeichnet dadurch**, daß an das Durchlauf-Viskosimeter (15) eine Rückführleitung (23) zu dem Reaktor (1) und eine Abzweigung (24) zu einem Verdünnungsbehälter oder einem Auffangbehälter angeschlossen sind, die mittels Ventilen (20, 21, 22) wahlweise öffenbar oder schließbar sind.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Viskositätsmessung von Kunstharzen während des Prozeßablaufes bei der Herstellung der Kunstharze in einem Reaktor, wobei ein kleiner Teilstrom des Kunstharzes aus dem Reaktor abgezogen wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei der Herstellung von Kunstharzen muß während des Fabrikationsprozesses die Viskosität als maßgebende Kenngröße für den Prozeßablauf ständig kontrolliert werden. Das übliche Verfahren hierfür ist heute die Probeentnahme aus dem Reaktor. Diese Probe wird anschließend im Labor untersucht, und die Ergebnisse entscheiden über den weiteren Fortgang des Prozesses. Die Probeentnahme und die Feststellung der Viskosität im Labor erfordert im allgemeinen einen Zeitaufwand von einer Viertel- bis Dreiviertelstunde. Da insbesondere gegen Ende des Prozesses die Viskosität immer schneller ansteigt, kommt es hier durch den erforderlichen Zeitaufwand für die Viskositätsbestimmung zur Überschreitung der Lieferspezifikationswerte.

Hinzu kommt ein weiteres Problem, nämlich daß zwischen der Schmelzfluß-Viskosität, d. h. der Viskosität des Produktes im Reaktor und der Viskosität des Harzes entsprechend der Lieferspezifikation, also dem Endprodukt des Kunstharzes, keine eindeutige Beziehung besteht. Dies ist insbesondere der Fall, wenn dem Kunstharz ein Lösungsmittel beigegeben wird. Solange es sich um die Herstellung makromolekularer Stoffe handelt, die aus scharf definierten chemischen Rohstoffen aufgebaut sind, ist dieses Problem geringfügig. Die Herstellung ungesättigter Polyester ist dafür ein Beispiel. Werden jedoch Rohstoffe, wie z. B. Öle und Fette zur Herstellung des Kunstharz-Produktes verwendet, gibt es erhebliche Probleme. Hier fehlt fast in allen Fällen eine eindeutige Viskositätsbeziehung zwischen der Schmelzfluß-Viskosität und der Lösungsmittel-Viskosität bzw. der Viskosität des Endproduktes. Hinzu kommt, daß geringe Abweichungen in der Lösungsmittelzusammensetzung zu weiteren Abweichungen im Endprodukt führen können.

Ferner ist an sich bekannt, daß der Feststoffgehalt von Kunstharz-Lösungen im Normalfall zwischen 50% und 70% liegt.

Dementsprechend wird bei der Viskositätsbestimmung im Labor nach der Probeentnahme das Kunstharz in gleichem Verhältnis verdünnt und danach bei einer festgelegten Temperatur die Viskosität bestimmt. Hierbei wird die Probereihe solange fortgesetzt, bis die gewünschte Endspezifikation erreicht ist. Danach wird der Prozeß im Reaktor in den meisten Fällen durch Kühlen abgebrochen. Infolge der oft wiederholten Entnahme von Proben, die dann einzeln behandelt und für die dann jeweils die Viskosität bestimmt werden muß, kommt es immer wieder vor bzw. es läßt sich kaum vermeiden, daß der Endpunkt des Prozeßablaufes überschritten bzw. unterschritten wird, was zu Viskositätsabweichungen zur gewünschten Viskosität des Endproduktes führt.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, bei der Herstellung von Kunstharzen die Lieferspezifikationswerte einhalten zu können.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Ausgehend von dem zu Anfang erläuterten Verfahren, bei welchem zwar ein kleiner Teilstrom des Kunstharzes aus dem Reaktor abgezogen wird, bei diesem dann aber jeweils in der beschriebenen Weise Proben entnommen und untersucht werden, liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Viskositätsmessung zu schaffen, durch welches jederzeit und ohne Zeitverzug die Viskosität des Kunstharzes im Reaktor festgestellt und eine eindeutige Beziehung zu der Viskosität des Endproduktes hergestellt werden kann.

Die gestellte Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Teilstrom kontinuierlich abgezogen und anschließend auf eine konstante Temperatur abgekühlt und kontinuierlich einem Durchlauf-Viskosimeter zugeführt wird.

Eine bevorzugte Ausgestaltung des Verfahrens ergibt sich dadurch, daß dem Teilstrom ein Lösungsmittel kontinuierlich und in einem solchen bestimmten Verhältnis zugeführt und mit diesem gemischt wird, daß eine Übereinstimmung mit dem Endprodukt gegeben ist, und daß anschließend die Abkühlung vorgenommen wird.

Der Teilstrom vom Durchlauf-Viskosimeter kann auch zum Reaktor zurückgeführt werden.

Der mit dem Lösungsmittel gemischte Teilstrom kann vom Durchlauf-Viskosimeter wahlweise zum Reaktor zurückgeführt oder einem Verdünnungsbehälter oder einem Auffangbehälter zugeleitet werden.

In Abhängigkeit von der Art des Kunstharzes wird soviel Lösungsmittel zugeführt, daß der Feststoffgehalt der Kunstharz-Lösung dem Endprodukt entsprechend im Normalfall 50% bis 70% beträgt.

Die gemessene Viskosität wird angezeigt, registriert und als prozeß-technische Kenngröße zur automatischen Prozeßsteuerung des Reaktors, insbesondere zum Abbruch des Prozesses durch Einleitung der Kühlung des Reaktors verwendet.

Die Temperatur und das Mischungsverhältnis bzw. der Feststoffgehalt des Teilstromes werden kontinuierlich überwacht und ggf. geregelt.

Die Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zur Durchführung des vorerläuterten Verfahrens mit einem Reaktor (Reaktionskessel) sowie einer Abzweigung für einen kleinen Teilstrom des Kunstharz-Reaktorinhalts und mit einer Förderpumpe in der Abzweigung und ist dadurch gekennzeichnet, daß die Abzweigung einen als Kühler dienenden Wärmeaustauscher aufweist und in Strömungsrichtung nach dem Wärmeaustauscher an ein Durchlauf-Viskosimeter (Viskositätsmeßgerät) angeschlossen ist.

Die Förderpumpe ist stufenlos regelbar eingerichtet, so daß ein gewünschter konstanter Teilstrom einstellbar ist.

An die Abzweigung zwischen Förderpumpe und Wärmeaustauscher ist eine Lösungsmittelzuleitung mit einer Dosierpumpe angeschlossen.

Die Abzweigung weist einen stationären (statischen) Mischer für den Teilstrom und der Lösungsmittel auf.

Der Mischer kann als Einzelgerät im Bereich zwischen der Anschlußstelle der Lösungsmittelzuleitung und dem Wärmeaustauscher vorgesehen sein oder als Verdrängungskörper innerhalb des Wärmeaustauschers ausgebildet sein.

Der Wärmeaustauscher ist mit einer Temperaturregelungsvorrichtung ausgestattet. An das Durchlauf-Viskosimeter sind eine Rückführleitung zu dem Reaktor und eine Abaßleitung zu einem Verdünnungsbehälter oder einem Auffangbehälter angeschlossen, die mittels Ventilen wahlweise offenbar oder schließbar sind.

Ausführungsbeispiel

In der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Vorrichtung bzw. Anlage im Schema dargestellt. Anhand dieser Zeichnung ist die Erfindung nachfolgend näher erläutert.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist einen Reaktor 1 bzw. einen Reaktionskessel auf, der in an sich bekannter Weise mit einem Rührwerk 2 versehen ist, welches mittels eines Motors 3 angetrieben wird.

Der Mantel und der Boden des Reaktors ist mit einer vereinfacht gezeichneten Heiz- und Kühleinrichtung 4 ausgestattet, die ebenfalls an sich bekannt ist. Es versteht sich, daß der Reaktor auch mit nicht gezeichneten Vorrichtungen zum Einfüllen und zum Entleeren des Kunstharz-Reaktorinhaltes versehen ist. Im unteren Bereich des Reaktors ist über ein Ventil 5 eine Abzweigung 6 angeschlossen, die zu einer Förderpumpe 7 führt. Die Förderpumpe dient dazu, aus dem Reaktor einen kleinen Teilstrom des Kunstharz-Reaktorinhaltes kontinuierlich abzuziehen und über eine Verbindungsleitung 9 in einen als Kühler dienenden Wärmeaustauscher 11 zu führen. In diesem Wärmeaustauscher 11 wird der Teilstrom des jeweiligen Produktes auf eine konstante Temperatur abgekühlt, die von der jeweiligen Art des herzustellenden Kunstharzes abhängig ist, z.B. erfolgt die Abkühlung von etwa 250°C auf etwa 50°C.

Der Wärmeaustauscher 11 besitzt einen Kühlwasservorlauf 12 und einen Kühlwasserrücklauf 13. Im Kühlwasservorlauf 12 befindet sich ein Regelventil 19, durch welches die Abkühlung auf konstante Temperatur geregelt werden kann, und zwar beispielsweise abhängig von der Meßstelle des Temperaturmeß- und -anzeigergerätes 17 über eine symbolisch gestrichelt gezeichnete Steuerleitung 18.

Durch Wirkung der Förderpumpe 7 gelangt der Teilstrom im abgekühlten Zustand über die Leitung 14 zu einem Viskosimeter 15 mit Meßtopf. Das Viskosimeter bzw. das Viskositätsmeßgerät besitzt geeignete Meß- und Anzeigergeräte, die vereinfacht dargestellt und mit dem Bezugszeichen 16 versehen sind. Von wesentlicher Bedeutung ist, daß mittels des Viskosimeters 15 die Viskosität des Teilstromes des jeweiligen Kunstharz-Reaktorinhaltes kontinuierlich gemessen, angezeigt, registriert und als prozeß-technische Kenngröße zur automatischen Prozeßsteuerung des Reaktors verwendet wird. Wenn insbesondere die Viskosität entsprechend der Lieferspezifikation festgestellt wird, kann der Prozeß im Reaktor durch Einleitung der Kühlung des Reaktors abgebrochen werden. Nach dieser kontinuierlichen Viskositätsmessung kann der Teilstrom über Ventil 21, Leitung 23 und Ventil 22 wieder zum Reaktor 1 zurückgeführt werden. Insgesamt ergibt sich dadurch ein By-pass zu dem Reaktor. Die Förderpumpe 7 ist vorteilhafterweise stufenlos regelbar eingerichtet, so daß ein gewünschter konstanter Teilstrom einstellbar ist.

Im allgemeinen wird dem Kunstharz in der Praxis Lösungsmittel beigegeben. Aus diesem Grunde wird in vorteilhafter Ausgestaltung der Erfindung auch dem abgezweigten Teilstrom ein Lösungsmittel kontinuierlich und in einem solchen bestimmten Verhältnis zugeführt und mit diesem gemischt, daß eine Übereinstimmung mit dem Endprodukt gegeben ist. Nach dem Vermischen des Teilstromes mit dem Lösungsmittel wird anschließend die vorerläuterte Abkühlung in dem Wärmeaustauscher 11 vorgenommen. In Abhängigkeit von der Art des Kunstharzes wird soviel Lösungsmittel zugeführt, daß der Feststoffgehalt der Kunstharz-Lösung im Normalfall 50% bis 70% beträgt. Die Temperatur und das Mischungsverhältnis bzw. der Feststoffgehalt des Teilstromes werden kontinuierlich überwacht und ggf. geregelt. Während der Kunstharz-Teilstrom ohne Lösungsmittel, wie oben erläutert wurde, nach Durchlauf des Viskosimeters zum Reaktor zurückgeführt wird, kann man die gleiche Rückführung zum Reaktor auch vornehmen, wenn der Kunstharz-Teilstrom mit Lösungsmittel gemischt ist, denn der verhältnismäßig kleine Lösungsmittelanteil, der dadurch in den Reaktor gelangt, hat praktisch keinen Einfluß auf den Prozeßablauf im Reaktor, jedoch kann man in diesem Falle auch den mit Lösungsmittel vermischten Teilstrom über das Ventil 20 und die Leitung 24 zu einem Verdünnungsbehälter oder einem Auffangbehälter zuleiten.

Vorrichtungsgemäß wird, wie die Zeichnung wiedergibt, an die Verbindungsleitung 9 zwischen der Förderpumpe 7 und dem Wärmeaustauscher 11 eine Lösungsmittelzuleitung mit den Leitungen 25 und 28 angeschlossen. Diese Lösungsmittelzuleitung ist mit einer eigenen Lösungsmittelpumpe 26 ausgestattet. Um eine gute Durchmischung des Teilstromes aus Kunstharz und Lösungsmittel herbeizuführen, weist die Leitung 6, 9, 14 einen stationären bzw. statischen Mischer 8 auf. Dieser Mischer 8 kann, wie in der Zeichnung dargestellt, als Einzelgerät im Bereich zwischen der Anschlußstelle der Lösungsmittelzuleitung 28 und dem Wärmeaustauscher 11 vorgesehen sein. Eine andere konstruktive vorteilhafte Lösung besteht darin, daß der Mischer als Verdrängerkörper innerhalb des Wärmeaustauschers 11 ausgebildet ist.

Wie oben angedeutet wurde, ist der Wärmeaustauscher 11 mit einer Temperaturregelungsvorrichtung ausgestattet, die vereinfacht gezeichnet und mit den Bezugszeichen 17, 18 und 19 versehen ist. Es können noch an geeigneten Stellen Druckmeßgeräte 10 und 29 sowie Ventile bzw. Absperrhähne vorgesehen werden. Normalerweise ist das Ventil 27 geöffnet, so daß kontinuierlich ein bestimmter Lösungsmittelstrom durch die Lösungsmittelpumpe 26 zugeleitet werden kann. Daneben ist vorteilhafterweise noch eine Spülleitung 31 mit einem Ventil 30 vorhanden, so daß man unter entsprechendem Öffnen und Schließen der jeweiligen Ventile das gesamte Leitungssystem mit Lösungsmittel oder einem anderen geeigneten Mittel durchspülen und reinigen kann.

Es sei hier noch einmal zusammenfassend festgestellt, daß es bei der Erfindung besonders darauf ankommt, eine schnelle bzw. kontinuierliche Viskositätsbestimmung durchzuführen. Das erfindungsgemäße kontinuierliche Viskositäts-Meßverfahren mißt nicht im Reaktor die Schmelzfluß-Viskosität mit der dabei zu erwartenden Problematik, die weiter oben näher erläutert worden ist, sondern führt die Viskositätsmessung vorteilhafterweise in einem By-pass zum Reaktor durch, wobei der Feststoffgehalt, nämlich Kunstharz aus dem Reaktor und Lösungsmittel in einem ganz bestimmten Verhältnis zueinander gemischt werden, so daß eine Übereinstimmung mit dem Endprodukt ist, also mit dem Endprodukt in Lieferform. Weiterhin wird die Mischung im By-pass wie erläutert auf eine konstante Temperatur gebracht, wobei ständig die Temperatur, das Mischungsverhältnis bzw. der Feststoffgehalt überwacht wird. Mit dem Durchlauf-Viskosimeter wird in dem By-pass die Viskosität kontinuierlich gemessen, angezeigt, registriert und als prozeßtechnische Kenngröße verwendet.

