



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 474

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 31 10 80
(21) PV 7359-80

(51) Int. Cl.³ C 08 F 2/18

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 07 84

(75)
Autor vynálezu

MATĚJČEK ALOIS ing.CSc.
SEIDL JOSEF RNDr.CSc., PARDUBICE
MUSIL VÁCLAV
ŠREJBER JOSEF, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob suspenzní polymerace a kopolymerace vinylických monomerů
a zařízení k provádění tohoto způsobu

Způsob suspenzní polymerace a
kopolymerace vinylických monomerů a
zařízení k provádění tohoto způsobu.

Vynález uvádí kvantitativní podmínky, za kterých je možno úspěšně provádět suspenzní polymerace a kopolymerace bez vzniku aglomerátů v reaktorech různých velikostí s použitím listových míchadel. Optimální hydrodynamický režim při polymeraci vyjadřují dva matematické vztahy udávající počet otáček míchadla ve dvou rozdílných fázích průběhu suspenzní polymerace. Zařízení je charakterizováno hodnotami geometrických simplexů, které vyjadřují poměr mezi velikostí reaktoru, stupněm jeho plnění a rozměry použitého listového míchadla.

Vynález se týká suspenzní polymerace nebo kopolymerace vinylických monomerů prováděných šaržovým postupem v reaktorech s vertikálním listovým míchadlem.

Při suspenzních (perlových) polymeracích a kopolymeracích vedených šaržovým postupem v míchaných reaktorech je vedle vlastního složení monomerní fáze a disperzní vodné fáze důležitým faktorem i způsob dispergace monomerní fáze v disperzním prostředí, který závisí na celém hydrodynamickém režimu polymerace, zejména na počtu otáček míchadla a na jeho typu a umístění v reaktoru. Některé otázky související s touto problematikou byly řešeny už v minulých letech a jsou předmětem některých patentů, jako čs. patentu č. 91.596 a 103 221, USA patentu č. 3 749 555, britského patentu č. 1 308 535.

Důležitým faktorem při provádění suspenzních polymerací nebo kopolymerací (a to zejména akrylových monomerů) je hledisko velikosti objemu polymerované vsádky, respektive přechod z malých polymeračních reaktorů na reaktory větší. Tento problém dosud řešen nebyl.

Největší potíže při suspenzních kopolymeracích nastávají při použití takových monomerů, které mají značně rozdílné kopolymerační parametry, nebo v těch případech, kdy se při polymeracích používá organických rozpouštědel, v nichž jsou monomery neomezeně rozpustné, kdežto vznikající polymery nerozpustné. Tyto potíže jsou způsobeny tím, že po počátečním zpolymerování rychleji reagujících monomerů až do stavu gelu zůstávají zbývající monomery nezreagovány a koncentrují se na povrchu gelových částic, anebo jsou nezreagované monomery vytlačovány na povrch gelových částic separováním rozpouštědla od polymeru a způsobují jejich aglomeraci.

Uvedené obtíže a problémy řeší předložený vynález, jehož předmětem je způsob suspenzní polymerace a kopolymerace vinylických monomerů šaržovým postupem v reaktorech s listovým míchadlem a zařízení k provádění tohoto způsobu. Podstata uvedeného způsobu spočívá v tom, že v průběhu reakce do bodu gelace perlí se v závislosti na velikosti reaktoru použije počtu otáček míchadla daného vztahem

$$3,28 \cdot 10^{-3} = n^{4,5} \cdot d^{-6,7} \cdot v_x^{-1,6} \quad (1)$$

a po bodu gelace perlí až do ukončení reakce se použije počtu otáček daného vztahem

$$1,06 \cdot 10^2 = n^{-5,1} \cdot d^{-7,7} \cdot v_x^{2,1} \quad (2)$$

V uvedených vztazích (1) a (2) značí n počet otáček míchadla $[s^{-1}]$, d průměr míchadla $[m]$ a v objem reaktoru $[m^3]$, přičemž hodnoty exponentů se mohou pohybovat kolem udané střední hodnoty v rozmezí $\pm 10\%$. Zařízení k provádění tohoto způsobu je tvořeno šaržovým reaktorem a vertikálním listovým míchadlem, charakterizovanými geometrickými simplexí $D/L = 1,15$, $D/d = 2,30$, $d/l = 1,00$, $L/l = 2,00$ a $L/L' = 1,14$, v nichž D značí průměr reaktoru $[m]$, L je výška plnění reakční směsí $[m]$, počítáno ode dna reaktoru, L' je vzdálenost horní hrany listového míchadla ode dna reaktoru $[m]$, d je průměr

míchadla $\sqrt{m}$ a l je výška listu míchadla $\sqrt{m}$. Přitom hodnoty těchto geometrických simplexů se mohou pohybovat kolem uvedených středních hodnot v trozmezí $\pm 10\%$.

Vynález uvádí kvantitativní podmínky, za kterých je možno úspěšně provádět suspenzní polymerace a kopolymerace bez vzniku aglomerátů, a to v reaktorech různých velikostí s použitím listových míchadel. Vztahy (1) a (2) vyjadřují optimální hydrodynamický režim i z hlediska velikosti reaktoru, což je pro přípravu perlových polymerů nebo kopolymerů důležitý faktor, na který doposud nebyl brán zřetel. Dalším důležitým faktorem je celkové geometrické uspořádání reaktoru, míchadla a velikost plnění reaktoru reakční směsí. Vzájemné vztahy těchto veličin určující geometrickou podobnost reaktorů různých velikostí jsou dány uvedenými hodnotami (respektive uvedeným rozmezím hodnot) geometrických simplexů.

Příklad 1

Do reaktoru objemu $0,025 \text{ m}^3$ se naváží reakční směs sestávající z 50 % hmot. styrenu, 4,5 % hmot. divinylbenzenu, 0,5 % hmot. dibenzoylperoxidu a 45 % hmot. n-oktanolu a dále z vodné fáze tvořené 0,1 % vodným roztokem polyvinylalkoholu, a to ve vzájemném hmot. poměru obou fází 1 : 2. Hodnoty geometrických simplexů reaktoru s vertikálním listovým míchadlem jsou: $D/L = 1,1$, $D/d = 2,30$, $d/l = 0,98$, $L/l = 2,05$ a $L/L' = 1,12$. Počáteční otáčky míchadla se nastaví na hodnotu $n = 1,5 \text{ s}^{-1}$, po gelaci vzniklých perlí se upraví na hodnotu $n = 1,9 \text{ s}^{-1}$. Po skončení kopolymerace se získá produkt o střední velikosti perlí 0,65 mm a bez aglomerátů.

Příklad 2

Do reaktoru objemu $0,25 \text{ m}^3$ se naváží reakční směs sestávající z 90 % hmot. etylakrylátu, 9 % hmot. divinylbenzenu a 1 % hmot. dibenzoylperoxidu a z vodné fáze obsahující 10 % hmot. chloridu sodného, 1 % hmot. želatiny, zbytek tvoří voda. Vzájemný hmot. poměr obou fází je 1 : 3. Hodnoty geometrických simplexů reaktoru s vertikálním listovým míchadlem jsou: $D/l = 1,2$, $D/d = 2,25$, $d/l = 1,05$, $L/l = 1,97$ a $L/L' = 1,2$. Počáteční otáčky míchadla se nastaví na hodnotu $n = 1,0 \text{ s}^{-1}$, po gelaci vzniklých perlí se upraví na hodnotu $n = 1,4 \text{ s}^{-1}$. Po skončení kopolymerace se získá produkt o střední velikosti perlí 0,6 mm a bez aglomerátů.

Příklad 3

Do reaktoru objemu 2 m^3 se naváží reakční směs sestávající z 80 % hmot. etylakrylátu, 10 % hmot. akrylonitrilu, 9,9 % hmot. divinylbenzenu a 0,1 % hmot. azobisisobutyronitrilu a z vodné fáze obsahující 10 % hmot. chloridu sodného, 1 % hmot. želatiny, 0,5 % hmot. hydroxyethylcelulózy, zbytek tvoří voda, a to ve vzájemném hmot. poměru obou fází 2 : 3. Hodnoty geometrických simplexů reaktoru s listovým míchadlem jsou: $D/L = 1,15$, $D/d = 2,3$, $d/l = 0,95$, $L/l = 1,9$ a $L/L' = 1,2$. Počáteční otáčky míchadla

se nastaví na hodnotu $n = 0,77 \text{ [s}^{-1}\text{]}$, po gelaci vzniklých perlí se upraví na hodnotu $n = 1,15 \text{ [s}^{-1}\text{]}$. Po ukončení suspenzní kopolymerace se získá produkt o střední velikosti perlí 0,5 mm a bez aglomerátů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob suspenzní polymerace a kopolymerace vinylických monomerů šaržovým postupem v reaktorech s listovým míchadlem, vyznačující se tím, že v průběhu reakce do bodu gelace perlí se v závislosti na velikosti reaktoru použije počtu otáček míchadla daného vztahem

$$3,28 \cdot 10^{-3} = n^{4,5} \cdot d^{6,7} \cdot v_x^{-1,6}$$

a po bodu gelace perlí až do ukončení reakce se použije počtu otáček míchadla daného vztahem

$$1,05 \cdot 10^2 = n^{-5,1} \cdot d^{-7,7} \cdot v_x^{2,1}$$

kde n značí počet otáček míchadla $[\text{s}^{-1}]$, d je průměr míchadla $[\text{m}]$ a v_x je objem reaktoru $[\text{m}^3]$, přičemž hodnoty exponentů se mohou pohybovat kolem udané střední hodnoty v rozmezí $\pm 10 \%$.

2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačující se tím, že je tvořeno šaržovým reaktorem a vertikálním listovým míchadlem, charakterizovanými geometrickými simplexí $D/L = 1,15$, $D/d = 2,30$, $d/l = 1,00$, $L/l = 2,00$ a $L/L' = 1,14$, v nichž D značí průměr reaktoru $[\text{m}]$, L je výška plnění reakční směsí $[\text{m}]$, počítáno ode dna reaktoru, L' je vzdálenost horní hrany listového míchadla ode dna reaktoru $[\text{m}]$, d je průměr míchadla $[\text{m}]$ a l je výška listu míchadla $[\text{m}]$, přičemž hodnoty těchto geometrických simplexů se mohou pohybovat kolem uvedených středních hodnot v rozmezí $\pm 10 \%$.