



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 14.07.77 (P 199 635)

Pierwszeństwo: 14.07.76 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 24.04.78

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1979

Int. Cl.² C08F 14/06
C08F 6/14

CYTELNIJA

Urząd Patentowy
Warszawa

Twórcy wynalazku: Leroy Benjamin Kuhn, Chung Hwei Wei

Uprawniony z patentu: Stauffer Chemical Company Westport (Stany
Zjednoczone Ameryki)

Sposób wydzielenia chlorku winylu z wodnej mieszaniny polichlorku winylu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielenia chlorku winylu z wodnej mieszaniny polichlorku winylu.

Wynalazek dotyczy ulepszonych sposobu usuwania resztek chlorku winylu z wodnych mieszanin polichlorku winylu.

Polichlorek winylu wytwarza się korzystnie przez polimeryzację chlorku winylu w wodnej emulsji lub zawiesinie. Wodna mieszanina polimeru otrzymana w reaktorze do polimeryzacji zawiera zwykle od około 10 do około 60% wagowych polichlorku winylu. Chlorek winylu wykazuje tendencję do pozostawania wraz z polichlorkiem winylu w masie materiału poddawanego obróbce i wydziela się, gdy polimer suszy się lub ogrzewa w czasie obróbki.

Przeważającą część chlorku winylu można usunąć z polichlorku winylu w czasie operacji suszenia. Traci się jednak przy tym chlorek winylu wraz z gazami z suszarki, co powoduje wzrost kosztów produkcji polichlorku winylu. Ponadto chlorek winylu w gazach z suszarki może zanieczyszczać środowisko obok suszarki.

W celu zwiększenia wydajności wykorzystania chlorku winylu w procesie i zmniejszenia ilości chlorku winylu wprowadzanej do środowiska, usiłowano zmniejszyć stężenie chlorku winylu w wodnej mieszaninie polimeru przed obróbką.

Zaproponowano, aby monomer oddzielać od polichlorku winylu przez redukcję ciśnienia nad wodną mieszaniną polimeru w reaktorze i odpędzenie pod zmniejszonym ciśnieniem lub przez destylację z parą wodną. Sposoby te nie mają przemysłowego znaczenia, gdy wodną mieszaniną polimeru jest lateks, ze względu na jego pieniecie się i trudności uzyskania małego stężenia chlorku winylu w lateksie.

2

Nawet w przypadku zawiesiny trudno jest uzyskać niskie stężenia chlorku winylu w wodnej mieszaninie polimeru.

W opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3 052 663 opisano sposób wydzielenia nieprzereagowanego chlorku winylu z lateksu polichlorku winylu przez zetknięcie lateksu z węglowodorem alifatycznym. Sposób wymaga wielu kłopotliwych etapów mieszania i filtracji w celu oddzielenia polichlorku winylu od fazy węglowodorowej. Sposób nie nadaje się w przypadku, gdy polimer przeznaczony jest do suszenia rozpryskowego na biały produkt w postaci proszku o niewielkich ziarnach.

W polskim opisie patentowym nr 56 169 opisano sposób, według którego monomer można usunąć z lateksu regulując przy tym pieniecie przez przepuszczenie lateksu wzdłuż nachylonej powierzchni o zmieniającym się nachyleniu. W opisie tym nie podano, jakie ilości chlorku winylu pozostają w lateksie.

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest efektywny sposób usuwania chlorku winylu z wodnych mieszanin polichlorku winylu. Przedmiotem wynalazku jest również skuteczny sposób usuwania chlorku winylu z wodnej zawiesiny polimeru. Przedmiot wynalazku obejmuje też sposób regulacji pienia i zmniejszenia flokulacji spowodowanej wysychaniem piany w czasie usuwania chlorku winylu z lateksu polichlorku winylu. Przedmiotem wynalazku jest również sposób, dzięki któremu można otrzymać lateks zawierający mniej niż 400 ppm chlorku winylu.

Według niniejszego wynalazku chlorek winylu można wydzielić z wodnej mieszaniny polichlorku winylu przez przepuszczenie wodnej mieszaniny polimeru w podwyższonej

temperaturze pod obniżonym ciśnieniem nad drgającą powierzchnią. Bardzo niskie ciśnienia nie są konieczne, ale obniżenie ciśnienia prowadzi do szybszego usunięcia chlorku winylu. Korzystnie ciśnienie absolutne wynosi od około 2,5 do około 610 mm słupa rtęci. Ogrzewanie lateksu prowadzi do szybkiego usuwania chlorku winylu z wodnej mieszaniny polichlorku winylu.

Stwierdzono, że odpowiednie temperatury leżą w zakresie od około 43°C do około 82°C. Odpowiedni zakres temperatur zależy od emulgatora, stężenia i składu lateksu lub środka dyspergującego, stężenia i wielkości cząstek polimeru. Zazwyczaj w wyższych temperaturach usuwanie chlorku winylu zachodzi szybciej. Proces prowadzi się w temperaturach aż do tych, przy których własności wodnej mieszaniny żywicy zmieniają się niekorzystnie w stopniu uniemożliwiającym pożądane jej zastosowanie.

W znaczeniu niniejszego wynalazku określenie „polichlorek winylu” oznacza polimery i kopolimery chlorku winylu, w których co najmniej 70% stanowią segmenty chlorku winylu. Oznacza to, że polichlorek winylu, w którym do około 30% chlorku winylu zastąpiono innymi monomerami, objęty jest zakresem niniejszego wynalazku.

Określenie wodna mieszanina polimeru w znaczeniu niniejszego wynalazku dotyczy wodnych zawiesin lub emulsji polichlorku winylu.

Lateks otrzymany w emulsyjnej polimeryzacji chlorku winylu zawiera zazwyczaj emulgator, resztki katalizatora, wodę oraz polichlorek winylu w ilości od około 10 do około 60% wagowych. Lateks zawiera zwykle od około 0,5 do około 10% wagowych niespolimeryzowanego chlorku winylu.

Sposoby wytwarzania lateksów polichloru winylu oraz etylenowo nienasycone związki kopolimeryzujące z chlorem winylu są powszechnie znane. Wynalazek niniejszy obejmuje swym zakresem dowolny lateks polichlorku winylu zawierający nieprzereagowany monomer, chlorek winylu.

Wodną zawiesinę polimeru zwykle wytwarza się z wodnej zawiesiny chlorku winylu stosując katalizator rozpuszczalny w monomerze i środek dyspergujący utrzymujący cząstki polimeru w postaci zawiesiny w fazie wodnej. Wodne mieszaniny zawiesin polimeru mogą zawierać od około 10 do około 50% wagowych części stałych, a zwykle od około 25 do 35% wagowych części stałych.

Sposoby wytwarzania polimerów w zawiesinie są powszechnie znane. Drgająca powierzchnia, po której przepływa wodna mieszanina polimeru może być zasadniczo pozioma lub pochylona. Korzystne jest ustawienie powierzchni pod kątem, który może zmieniać się wzdłuż powierzchni. Korzystne jest, aby powierzchnia była nachylona, co przyspiesza przepływ wodnej mieszaniny polimeru po drgającej powierzchni.

Powierzchnia może być gładka lub też ukształtowana przez grzbiety, pofalowania, guzy, wgłębienia, wypukłości itp. Kształtowanie zwiększa oddziaływanie między powierzchnią i wodną zawiesiną polimeru prowadząc do bardziej skutecznego usuwania chlorku winylu z mieszaniny.

Drgająca powierzchnia może być w formie stożka, płaskiej płyty lub rynny, po której przepuszcza się wodną mieszaninę polimeru. Jak stwierdzono wyżej, drgająca powierzchnia może być zasadniczo pozioma, albo nachylona w celu przyspieszenia płynięcia wodnej mieszaniny polimeru. Korzystnie drgająca powierzchnia jest w formie rynny. Rynna może mieć taki kształt, aby pasowała do komory, w której wytwarza się podciśnienie. W przypadku spiralnej

rynny w cylindrycznej obudowie można uzyskać dużą powierzchnię we względnie małym zbiorniku.

Drgająca powierzchnia może oscylować lub drgać z częstotliwością w szerokim zakresie, ale korzystne są niższe częstotliwości, poniżej około 6000 drgań na minutę. Niższe częstotliwości drgań są dlatego korzystne, gdyż umożliwiają one wytworzenie większych amplitud ruchu bez niepożądanego naprężenia w urządzeniu. Regulację pienienia w tym zakresie. Optymalny efekt osiąga się przez odpowiednie zrównanie amplitudy oscylacji lub drgań z ich częstotliwością.

Amplituda drgań nie jest w wynalazku wielkością ograniczoną. Duże amplitudy drgań i ruch drgającej powierzchni zwiększa skuteczność sposobu usuwania chlorku winylu z wodnych mieszanin polichlorku winylu. Wiadomo jednak, że znaczne siły ścinające mogą niekorzystnie wpłynąć na lateks polichlorku winylu. Amplitudę drgań można zwiększyć aż do punktu, w którym duże siły ścinające powstające przy dużych amplitudach drgań powierzchni niekorzystnie wpływają na stabilność lateksu.

Ogólnie można powiedzieć, że większe amplitudy drgań powodują wzrost wydajności procesu. Z drugiej jednak strony amplituda drgań nie powinna być tak duża, aby niekorzystnie wpływać na pracę urządzenia, w którym prowadzi się proces. Większe amplitudy drgań można stosować przy niższych częstotliwościach.

Przyczyną skuteczności sposobu usuwania chlorku winylu z wodnej mieszaniny polimeru nie jest w pełni zrozumiała. Sądzi się jednak, że skuteczność ta jest związana ze znacznym osłabieniem pienienia się wodnej mieszaniny oraz z szybkim i intensywnym mieszaniem tej mieszaniny w czasie, gdy przepływa ona po drgającej powierzchni. Dzięki szybkiemu mieszanemu wodnej mieszaniny polimeru cząstki polimeru przedostają się na powierzchnię tej mieszaniny, gdzie chlorek winylu może się z niej ulotnić.

W znaczeniu opisu określenie „podwyższona temperatura” dotyczy temperatury wyższej od temperatury otoczenia, a niższej od temperatury, która niekorzystnie wpływa na wodną mieszaninę polimeru. Wpływ podwyższonej temperatury na lateks jest znaczny. Temperatura w której lateks koaguluje, zależy od emulgatorów stosowanych przy jego wytwarzaniu oraz od pochodzenia materiału. Temperatura w znacznym stopniu zależy od ciśnienia wywieranego na lateks w trakcie, gdy przyptywa on po drgającej powierzchni. Zazwyczaj stosuje się temperatury od około 43°C do około 82°C, a najkorzystniej od około 54°C do około 80°C.

Temperaturę wodnej mieszaniny polimeru można utrzymywać na żądanym poziomie przez ogrzewanie tej mieszaniny przed zetknięciem jej z drgającą powierzchnią, ogrzewanie drgającej powierzchni, wprowadzanie pary bezpośrednio do strefy odpędowej, w której wodna mieszanina polimeru przepływa po drgającej powierzchni lub innymi sposobami nie wpływającymi niekorzystnie na wodną mieszaninę polimeru.

Sposób według wynalazku realizuje się przepuszczając wodną mieszaninę polimeru po drgającej powierzchni pod obniżonym ciśnieniem. Wydajność urządzenia wzrasta w miarę jak obniża się ciśnienie, ale stosować można dowolne ciśnienie niższe od atmosferycznego. Zazwyczaj stosuje się korzystnie ciśnienie absolutne od około 2,5 do około 610 mm słupa rtęci, a najkorzystniej od około 25 do około 500 mm słupa rtęci, gdyż można je łatwo uzyskać za pomocą dostępnych w handlu urządzeń, a poza tym zapewniają one

uzyskanie wodnej mieszaniny polimeru o obniżonym stężeniu chlorku winylu.

Wodną mieszaninę polimeru można utrzymywać pod obniżonym ciśnieniem umieszczając drgającą powierzchnię wewnątrz zbiornika, w którym można wytworzyć podciśnienie. Ponieważ z wodnej mieszaniny polimeru usuwa się chlorek winylu, konieczne jest urządzenie zasysające utrzymujące ciśnienie w pożądanym zakresie. Powierzchnię drgającą można wytworzyć tak, aby stanowiła ona część zbiornika. Odpowiednim urządzeniem jest zbiornik w kształcie przykrytej rynny, wzdłuż której splywa wodna mieszanina polimeru. Rynna i pokrywa mogą drgać razem. Zbiornik i powierzchnia mogą drgać jako całość lub powierzchnia może być zamocowana w zbiorniku w taki sposób, że może ona drgać niezależnie od zbiornika, w którym jest zamknięta.

Sposób zamocowania powierzchni oraz wprowadzania jej w ruch jest powszechnie znany.

Sposób według niniejszego wynalazku nadaje się szczególnie do obniżenia zawartości chlorku winylu w emulsjach polichlorku winylu. Wynalazek niniejszy jest użyteczny gdyż usuwanie chlorku winylu z emulsji polichlorku winylu w skali przemysłowej jest bardzo trudne.

Na rysunkach pokazano urządzenie stosowane w przykładach I—VIII podanych poniżej. Fig. 1 przedstawia urządzenie wibracyjne, fig. 2 — pofalowaną powierzchnię, a fig. 3 — schemat ideowy instalacji.

Fig. 1 przedstawia urządzenie stosowane w przykładach I—VIII. Zbiornik 10 stanowi rura o średnicy 25 cm o długości około 3 m oparta na podporach 2. Podpory 2 nastawia się za pomocą przekładek, aby uzyskać nachylenie niezbędne w poszczególnych doświadczeniach. Zbiornik 10 posiada kołnierze 3, w które wmontowane są przezroczyste plastikowe wzierniki 4 po to, aby można było obserwować zachowanie się wodnej mieszaniny polimeru w czasie prowadzenia procesu.

Powierzchnię wibracyjną 5 stanowi powierzchnia metalowa zamocowana na sztywno w zbiorniku 10. W zbiorniku tym można zamontować gładką powierzchnię drgającą oraz powierzchnię w kształcie fal o wysokości 0,6 cm przebiegających w poprzek krótszego wymiaru powierzchni.

Urządzenia 6 wytwarzające drgania zamocowane są na zbiorniku 10 jak to pokazano, lub na podporach 2. Powierzchnię 5 wprowadza się w ruch drgający wprawiając w drgania zbiornik 10, w którym jest ona zamontowana. Wodne mieszaniny polimeru wprowadzane są do zbiornika i doprowadzane są do drgającej powierzchni 5, przewodem 7. Temperaturę wodnych mieszanin polimeru wprowadzanych do zbiornika 10 mierzy się termoparą 9 w przewodzie 7. Wodna mieszanina polimeru przepływa po drgającej powierzchni 5, spada z niej na dno zbiornika 10, po czym splywa do zbiornika odbierającego (nie pokazanego) przewodem 15.

Próbkę wodnej zawiesiny polimeru po przejściu jej przez drgającą powierzchnię można pobrać odprowadzając część lateksu przepływającego przewodem 15.

Podciśnienie utrzymuje się w zbiorniku 10 za pomocą strumienia pary (nie pokazanego) usuwającego opary ze zbiornika 10 przewodem 12. Temperaturę wodnej mieszaniny polimeru na końcu drgającej powierzchni mierzy się za pomocą termopary 14.

Ciśnienie w zbiorniku 10 mierzy się za pomocą manometru 17. Temperaturę wodnej mieszaniny polimeru utrzymuje się wprowadzając parę bezpośrednio do zbiornika 10 przewodem 21.

W czasie prób pobiera się próbki wodnej mieszaniny polimeru wprowadzanej do zbiornika 10 i odprowadzanej ze zbiornika i oznacza ilość chlorku winylu w wodnej mieszaninie polimeru.

Fig. 2 przedstawia wycinek części powierzchni drgającej 5 stanowiącej pofalowaną powierzchnię stosowaną w przykładach I—VIII. Pofalowania mają amplitudę 0,6 cm i okres 1,3 cm.

Fig. 3 przedstawia schemat ideowy urządzenia stosowanego w przykładach I—VIII. Takie same oznaczenia cyfrowe dotyczą tych samych części urządzenia na fig. 1.

Zbiornik 37 zawiera wodną mieszaninę polimeru z reaktora do polimeryzacji chlorku winylu. Wodną mieszaninę polimeru wstępnie odpędza się obniżając ciśnienie w reaktorze do polimeryzacji. Wodną mieszaninę polimeru przesyła się przewodem 35 przez zawór 36, a następnie przewodem 34 do pompy 38. Pompa 38, którą stanowi urządzenie MoynoTM, tłoczy wodną mieszaninę polimeru przewodem 7, poprzez zawór 8 do zbiornika 10, w którym znajduje się drgająca powierzchnia, po której splywa wodna mieszanina polimeru. Mieszanina ta po przejściu przez drgającą powierzchnię opuszcza zbiornik 10 przewodem 15, przez zawór 24, a następnie przewodem 30 do zbiornika 31. Przewód wentylacyjny 45 wyrównuje ciśnienie między zbiornikiem 31 i zbiornikiem 10 tak, że wodna mieszanina polimeru może swobodnie przepływać ze zbiornika 10 do zbiornika 31.

Próbki wodnej mieszaniny polimeru można pobrać z przewodu 7 poprzez przewód 39 i zawór 40. Próbkę wodnej mieszaniny polimeru po przejściu jej przez drgającą powierzchnię pobiera się za pomocą zaworu 16, rury 26 i zaworu 25.

Ciśnienie w zbiorniku 10 mierzy się manometrem 17. Podciśnienie w zbiorniku 10 utrzymuje się za pomocą urządzenia regulującego (nie pokazanego eżektora parowego), które usuwa gazy ze zbiornika 10 przewodem 12 i przez zawór 13.

Wodną mieszaninę polimeru z reaktora do polimeryzacji chlorku winylu tłoczy się nad drgającą powierzchnię. Można oznaczyć wpływ jednorazowego przejścia przez tę powierzchnię na zawartość chlorku winylu w wodnej mieszaninie polimeru. Mieszaninę zebraną w zbiorniku 31 można cyrkulując zawracać na drgającą powierzchnię i oznaczyć w ten sposób wpływ wielokrotnego jej przejścia przez tę powierzchnię na zawartość chlorku winylu w wodnej mieszaninie polimeru.

W przeprowadzonych doświadczeniach wodną mieszaninę polimeru przepuszczono po drgającej powierzchni. Oznaczono następnie stężenie chlorku winylu w wodnej mieszaninie polimeru w przewodzie 15 po jednokrotnym jej przejściu. Gdy cała wodna mieszanina polimeru przeszła ze zbiornika 37 do zbiornika 31, zawracano ją w sposób ciągły na drgającą powierzchnię przewodem 32, przez zawór 33 i przewodem 34 do pompy 38. W określonych odstępach czasu pobierano próbki wodnej mieszaniny polimeru ze zbiornika 31 za pomocą zaworu 43, przewodu 44 i zaworu 46. Podwójny układ zaworów był niezbędny, aby umożliwić pobranie próbek ze zbiornika 31, w którym panuje podciśnienie.

Stosując urządzenie przedstawione na rys. fig. 3 można było wyznaczyć wpływ częstotliwości i amplitudy drgań, nachylenia powierzchni, rodzaju powierzchni, szybkości zawracania, temperatury i podciśnienia.

Próbki wodnej mieszaniny polimeru rozpuszczano w czterowodorofuranie, oznaczając w nich zawartość chlorku winy-

lu metodą chromatografii gazowej. Jeśli nie zaznaczono inaczej, wszystkie stężenia podano wagowo.

Przykład I. Wpływ vibracji. Próbkę lateksu zawierającego około 34,7% polichloroku winylu cyrkulując przepuszczano po powierzchni urządzenia przedstawionego na fig. 1. Powierzchnia koryta jest pofalowaną powierzchnią o długości około 3 m z falami o amplitudzie 0,6 cm i okresie 1,3 cm, przebiegającymi w poprzek krótszego wymiaru (10 cm) powierzchni.

Urządzenie było ustawione zasadniczo poziomo, ze spadkiem 0,4 cm/m. Próbkę lateksu około 70 kg przepuszczano po drgającej powierzchni cyrkulując z szybkością około 7 kg/minutę. Utrzymywano temperaturę lateksu 73 °C przez wprowadzanie pary bezpośrednio do zbiornika, w którym zamontowano powierzchnię. Ciśnienie wywierane na lateks utrzymywano na poziomie około 500 mm słupa rtęci, to znaczy poniżej ciśnienia atmosferycznego.

W przypadku prób vibracyjnych powierzchnię poddano drganiom częstotliwości 3600 cykli/minutę z amplitudą 0,02 cm w kierunku pionowym. Częstotliwość i amplitudę drgań mierzono za pomocą przyrządu I.R.D. Vibrator Analityczny Model 350 produkowanego przez I.R.D. Incorporated. Wyniki prób podano w tablicy 1.

Tablica 1

Stężenie chlorku winylu (ppm)

Czas (minuty)	bez vibracji	z vibracją
Początek	13 139	19 327
Pierwszy obieg	2 728	1 932
10	2 010	833
20	1 023	546
30	733	444
40	580	254
50	574	188

Z przedstawionych danych wynika, że drgania powodują wzrost efektywności procesu usuwania chlorku winylu z lateksu. Obydwa stosowane w przykładzie próbki były próbkami lateksu tego samego typu, lecz zostały wyprodukowane w różnym czasie.

Przykład II. Wpływ pofalowań. Urządzenie takie jak w przykładzie I wykorzystano do oddzielania chlorku winylu od lateksu w temperaturze 73–74 °C pod obniżonym ciśnieniem 480–500 mm słupa rtęci. Powierzchnia drgała z częstotliwością 870 cykli/minutę z amplitudą 0,13 cm w kierunku pionowym. Nachylenie powierzchni drgającej wynosiło 3,4 cm/m. Pofalowaną powierzchnię zastąpiono płaską płytą o szerokości 13 cm i próbę powtórzoną stosując drugą próbkę lateksu polichloroku winylu.

Tablica 2

Czas (minuty)		Początek	Pierwszy obieg	5	10	20	30	60	90
rodzaj powierzchni	szerokość powierzchni	Stężenie chlorku winylu (ppm)							
Pofalowana	10 cm	25081	829	740	561	412	310	151	82
Płaska	13 cm	18373	1600	843	486	345	269	204	105
Płaska	przeliczona na 10 cm*)	2080	1106	632	449	350	265	136	

*) W celach porównawczych wyniki otrzymane przy powierzchni o szerokości 13 cm przeliczono na 10 cm zakładając, że stężenie chlorku winylu jest proporcjonalne do pola powierzchni. Stężenie zmierzone w przypadku powierzchni o szerokości 13 cm pomnożono przez stosunek 13/10 aby uzyskać porównywalne wielkości.

W próbach stosowano około 113 kg lateksu o zawartości 37% części stałych. Szybkość cyrkulacji lateksu wynosiła 23 kg/minutę. Surowiec wyjściowy przepływał po drgającej powierzchni, po czym po jednokrotnym przejściu oznaczano zawartość chlorku winylu w lateksie. Następnie próbkę lateksu cyrkulując przepuszczano po drgającej powierzchni. Próbkę pobierano ze zbiornika 31 w różnych odstępach czasu i oznaczano w nich stężenie chlorku winylu.

Wyniki prób przedstawiono w tablicy 2.

Wyniki doświadczeń wyraźnie wykazują, że pofalowania znacznie polepszają efektywność drgającej powierzchni przy usuwaniu chlorku winylu z lateksu polichloroku winylu.

Przykład III. Wpływ nachylenia drgającej powierzchni.

Urządzenia takie jak w przykładzie I zastosowano do oddzielania chlorku winylu od lateksu polichloroku winylu. Nachylenia drgającej powierzchni zmieniano oceniając jego wpływ na usuwanie chlorku winylu z lateksu. Powierzchnię poddano drganiom o częstotliwości 870 cykli/minutę z amplitudą 0,2 cm w kierunku pionowym.

Stwierdzono, że w przeważającej części każdego doświadczenia, ciśnienie wynosiło około 500 mm słupa rtęci. Na początku próby ciśnienie było większe ze względu na szybkie ulatnianie się chlorku winylu z lateksu.

Wyniki podano w tablicy 3.

Tablica 3

Nachylenie (cm/m)	0,4	1,7	3,4	10,1
Szybkość cyrkulacji (kg/min)	9,5	9,5	9,5	8,5
Wielkość próbki (kg)	68	68	68	76
Temperatura (°C)	73	73	73	68–69
Czas (minuty)	Stężenie chlorku winylu (ppm)			
Początek	15 632	16 799	10 925	12 194
Pierwszy obieg	4 013	8 222	3 550	—
10	1 041	597	81	1 271
20	706	217	20	—
30	465	160	20	683
40	331	—	—	509
50	219	119	—	—
60	122	—	11	297
70	—	1–3	9	—

Tablica 4

Szybkość cyrkulacji	14,1 kg/minutę			9,6 kg/minutę			4,5 kg/minutę			
	Czas minuty	Temperatura °C	Ciśnienie (próżnia) mm Hg	Chlorek winylu (ppm)	Temperatura °C	Ciśnienie (próżnia) mm Hg	Chlorek winylu (ppm)	Temperatura °C	Ciśnienie (próżnia) mm Hg	Chlorek winylu (ppm)
Początek				44 992			44 227			40 785
5	66	457	4 247	62	533	3 614	57	533	2 980	
10	68	482	2 790	63	533	2 453	60	533	2 621	
20	71	533	966	66	533	1 469	63	609	2 071	
30	71	533	457	67	533	972	66	558	1 130	
60	72	533	120	68	558	399	69	533	716	
90	72	558	69,2	69	558	191	71	558	276	
120				71	558	97,5	71	546	125	

Dane przedstawione w tablicy 3 wyraźnie wykazują, że efektywność drgającej powierzchni przy oddzielaniu chloru winylu od lateksu wzrasta przy nachyleniu tej powierzchni.

Przykład IV. Wpływ szybkości przepływu lateksu.

Urządzenie takie jak w przykładzie I zastosowano do oznaczenia wpływu szybkości przepływu lateksu na usuwanie chloru winylu. Nachylenie drgającej powierzchni ustalono na 3,4 cm/m. Próbkę lateksu około 77 kg zawierającą około 40,7% polichloru winylu poddawano cyrkulacji po pofalowanej powierzchni drgającej z częstotliwością 870 cykli/minutę z amplitudą 0,2 cm w kierunku pionowym. Lateks ze zbiornika zasilającego przepuszczano po drgającej powierzchni, a następnie zawracano na nią ponownie. W odstępach czasu pobierano próbki ze zbiornika 31 oznaczając zawartość chloru winylu w lateksie.

Wyniki prac przedstawiono w tablicy 4.

Dane przedstawione w tablicy 4 wyraźnie wskazują, że ze wzrostem szybkości cyrkulacji zwiększa się szybkość usuwania chloru winylu z lateksu polichloru winylu. Na podstawie ilości monomeru w lateksie po pierwszych 5 minutach można jednak stwierdzić, że więcej chloru winylu usuwane jest z polichloru winylu w czasie każdego przejścia przez drgającą powierzchnię przy niższych prędkościach przepływu.

Przy pracy należy wziąć pod uwagę szkodliwy wpływ tłoczenia lateksu na szybkość z jaką usuwany jest z niego chlorek winylu.

Przykład V. Oznaczono wpływ szybkości przepływu na ilość chloru winylu usuwanego z lateksu polichloru winylu przy jednokrotnym przejściu po drgającej powierzchni takiej jak w przykładzie I. Nachylenie powierzchni ustalono na 0,42 cm/m i poddano ją drganiom o częstotliwości 3600 cykli/minutę z amplitudą 0,02 cm w kierunku pionowym. We wszystkich próbach lateks podgrzano wstępnie do temperatury 71—73°C. Ciśnienie utrzymywano na poziomie około 500 mm słupa rtęci. Wyniki prób przedstawiono w tablicy 5.

Tablica 5

Szybkość zasilania kg/min	Procent polichloru winylu w lateksie	Stężenie chloru winylu (ppm)	
		wyjściowe	przy jednokrotnym przejściu
0,23	38,6	29 500	795,7
2,45	38,7	22 886	734
3,76	38,6	29 500	968,3
6,71	33,4	28 180	723,7
9,11*)	41,8	12 534	1197

*) Próżnia 430 mm słupa rtęci

Tablica 6

Procent polichloru winylu w lateksie	Szybkość podawania kg/min	Temperatura °C	Ciśnienie (próżnia) mm Hg	Stężenie chloru winylu (ppm)		
				wyjściowe	w produkcji	wibracja
32	0,36	63	406	25 231	1 760	tak
32	0,36	63	406	25 231	2 247	nie
38,6	0,38	58	432	20 707	4 440	tak
38,6	3,76	68	508	29 500	968	tak
33,4	6,70	72	508	28 180	724	tak
41,8	9,10	71—74	432	12 534	1 197	tak
39,3	8,68	60	457	16 037	3 761	tak
39,3	7,52	60	457	16 037	4 467	nie
36,7	7,24	65	508	16 368	1 414	tak
36,7	6,80	65	508	16 368	2 993	nie
38,7	2,45	71—74	508	22 886	734	tak
38,7	4,40	71—74	508	22 886	1 371	nie

Dane przedstawione w tablicy 5 wskazują, że zawartość chlorku winylu w lateksie można znacznie zmniejszyć przy jednokrotnym jego przepływie po drgającej powierzchni.

Przykład VI. Oddziaływanie parametrów wpływających na usuwanie chlorku winylu z lateksu polichlorku winylu oznaczono w urządzeniu takim jak w przykładzie I przy różnych warunkach pracy.

W przypadku stosowania wibracji pofalowaną powierzchnię taką jak w przykładzie I, poddawano drganiom o częstotliwości 3600 cykli/minutę i amplitudzie 0,02 cm w kierunku pionowym. Zawartość chlorku winylu w lateksie oznaczano po jednokrotnym jego przejściu po powierzchni. Powierzchnia miała nachylenie 0,42 cm/m.

Wyniki prób przedstawiono w tablicy 6.

Dane przedstawione w tablicy 6 wyraźnie wykazują wpływ, jaki parametry wywierają na efektywność drgającej powierzchni w usuwaniu chlorku winylu z lateksu polichlorku winylu.

Przykład VII. Urządzenie takie jak w przykładzie I zastosowano do wyznaczania wpływu temperatury lateksu na usuwanie chlorku winylu. Drgającą powierzchnię o nachyleniu 3,4 cm/m poddawano drganiom o częstotliwości 870 cykli/minutę i amplitudzie 0,18 cm w kierunku pionowym. Próbkę 77 kg lateksu przepuszczano po drgającej powierzchni przy cyrkulacji z szybkością 26,5 kg/minutę. W czasie prób ciśnienie utrzymywano w zakresie od 584 do 635 mm słupa rtęci. Lateks doprowadzano ze zbiornika zasilającego 37 na drgającą powierzchnię, a następnie odprowadzano do zbiornika 31. Następnie lateks zawracano na drgającą powierzchnię, pobierając okresowo próbki ze zbiornika 31 i oznaczając stężenie chlorku winylu w lateksie.

W tablicy 7 przedstawiono wyniki doświadczeń.

Tablica 7

Czas (minuty)	Temperatura °C	Chlorek winylu (ppm)	Temperatura °C	Chlorek winylu (ppm)
Początek		44 855		43 533
5	65	2 801	63	2 411
10	65	1 298	62	1 512
20	63	498	60	887
30	60	250	59	506
60	60	91		
70			59	142
90	63	20	60	56

Dane w tablicy 7 wyraźnie wykazują, że ze wzrostem temperatury zwiększa się efektywność usuwania chlorku winylu z lateksu polichlorku winylu.

Przykład VIII. Urządzenie według zastrzeżenia 1 zastosowano do obniżenia zawartości chlorku winylu w lateksie polichlorku winylu poniżej 10 ppm. Próbkę 77 kg lateksu przepuszczono przez urządzenie takie jak w przykładzie I i zebrano w zbiorniku 31. Następnie lateks przepuszczano po drgającej powierzchni cyrkulując z prędkością 14,1 kg/minutę i pobierając ze zbiornika 31 próbki w celu oznaczenia zawartości chlorku winylu. Drgającą powierzchnię o nachyleniu 3,4 cm/m poddano drganiom o częstotliwości 870 cykli/minutę i amplitudzie 0,18 cm w kierunku pionowym. Lateks utrzymywano pod obniżonym ciśnieniem 500–584 mm słupa rtęci w czasie przepuszczania go po drgającej powierzchni. Temperaturę lateksu utrzymywano

wprowadzając bezpośrednio do zbiornika 10 parę w punkcie poniżej drgającej powierzchni.

Wyniki prób przedstawiono w tablicy 8.

Tablica 8

Czas (minuty)	Temperatura wprowadzanego lateksu °C	Temperatura lateksu w zbiorniku °C	Stężenie chlorku winylu (ppm)
0			37 037
5	66	68	1 517
10	67	72	1 194
20	68	71	366
30	71	72	234
60	76	77	109
90	71	75	34,6
105	72	76	5,6

Wyniki podane w tablicy 8 świadczą o tym, że sposobem według wynalazku zawartość chlorku winylu w lateksie polichlorku winylu można zmniejszyć do względnie niskiego poziomu. Wysoka temperatura i drgania obniżają mechaniczną stabilność lateksu w czasie próby. Stabilność mechaniczna próbki kontrolnej wynosiła 16 minut. Po 105 minutach cyrkulacji na drgającej powierzchni stabilność ta spadła do 4 minut. Stabilność mechaniczną oznaczano umieszczając próbkę 100 ml w wytrząsarce do mleka HAMILTON BEACH™ i mierząc czas niezbędny do skoagulowania lateksu.

Przykład IX. Wodne mieszaniny polichlorku winylu przepuszczano po powierzchni o długości 37 m i o szerokości 22,3 cm. Na powierzchni znajdowały się grzbiety przebiegające w poprzek krótszego wymiaru powierzchni. Nachylenie powierzchni wzdłuż większego wymiaru wynosiło 4,8 cm/m. Powierzchnię poddawano drganiom z częstotliwością 950 cykli/minutę i z amplitudą 0,25 cm w kierunku pionowym. Mieszaniny polimeru przepływały wzdłuż rynny.

Przygotowano 15 142 litrów wodnej mieszaniny polimeru i cyrkulując przepuszczano ją po drgającej powierzchni. Wodną mieszaninę tłoczono z reaktora na drgającą powierzchnię, po czym zawracano ją do reaktora. Okresowo po-

Tablica 9

Typ polimeru	Emulsja	Emulsja	Emulsja	Zawiesina	Zawiesina
Szybkość cyrkulacji l/min	303	284	341	473	568
Ciśnienie (próżnia) mm Hg	432	483	483	432	470
Temperatura °C	67	66	66	66	66
Procent części stałych	24,9	34,0	36,5	31,2	27,7
Czas (godziny)	Stężenie chlorku winylu, ppm				
0	4786		7780	259*	156*
1	492	32	21	—	42
1,5	188	17	24	15	22,6
2,0	206	11	16	20	13,2

*) Wstępnie odpędzany w reaktorze przez przedmuchiwanie parą.

13

bierane próbki mieszaniny polimeru z przewodu prowadzącego do pompy oznaczając w nich ilość chlorku winylu. W tablicy 9 zestawiono wyniki doświadczeń.

Przykład 9 wyraźnie wskazuje, że sposobem według wynalazku można efektywnie usuwać chlorek winylu z wodnej mieszaniny polichlorku winylu w skali przemysłowej. Przykład ten również wskazuje, że sposób ten można zastosować do efektywnego zmniejszenia zawartości chlorku winylu w wodnych zawiesinach polimeru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania chlorku winylu z wodnej mieszaniny polichlorku winylu, **znamienny tym**, że wodną mieszaninę polimeru przepuszcza się w podwyższonej temperaturze pod obniżonym ciśnieniem po drgającej powierzchni.

14

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w temperaturze od około 43 do 82°C.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się pod ciśnieniem od około 2,5 do około 610 mm słupa rtęci.

4. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że proces prowadzi się pod ciśnieniem od około 25 do około 500 mm słupa rtęci.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w temperaturze od około 54 do około 79°C, a pod ciśnieniem od około 254 do 500 mm słupa rtęci.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że powierzchnia drga z częstotliwością niższą od około 6000 cykli/minutę.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że drgająca powierzchnia jest ukształtowana.

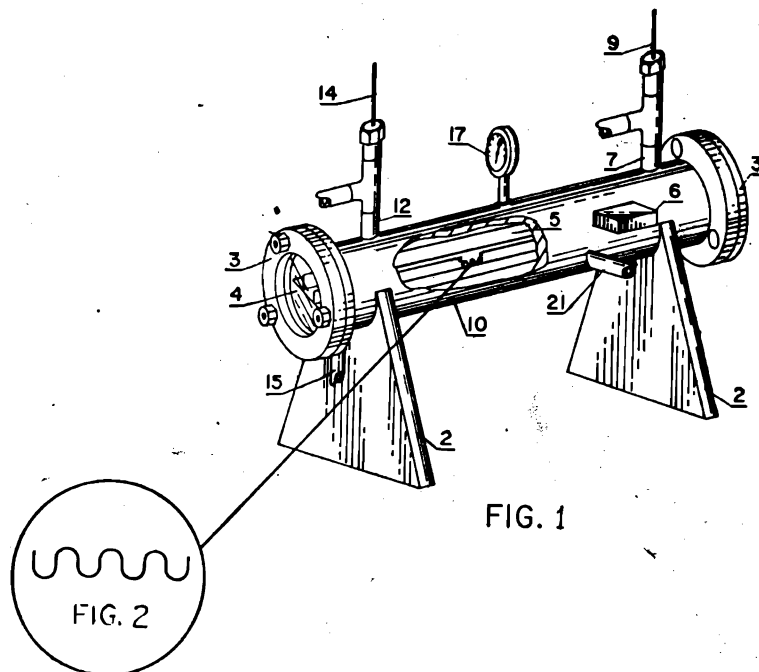


FIG. 1

FIG. 2

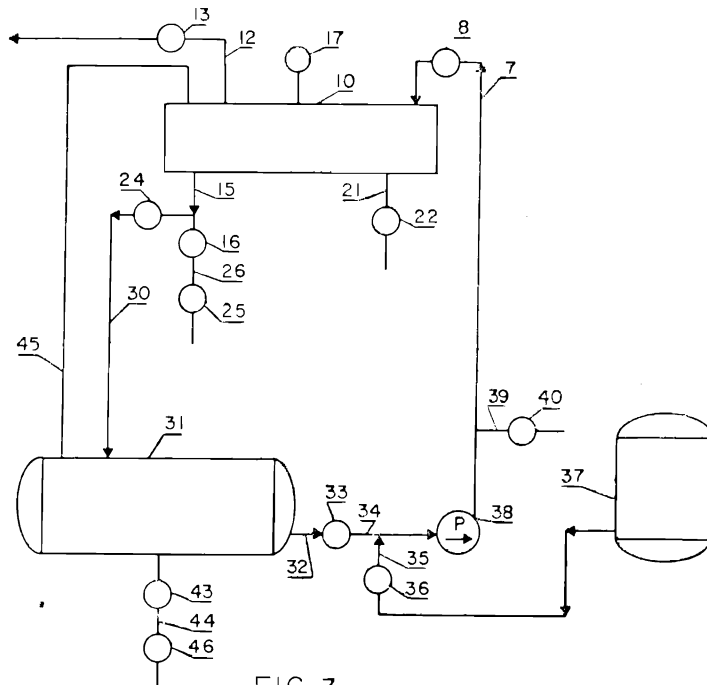


FIG. 3