

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 245990 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **445847**

(22) Data zgłoszenia: **2023.08.18**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2024.04.22 BUP 17/2024**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2024.11.12 WUP 46/2024**

(51) MKP:

B01F 23/53 (2022.01)

B01F 27/90 (2022.01)

B01F 31/24 (2022.01)

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA WARSZAWSKA, Warszawa, PL

(72) Twórca(-y) wynalazku:

MARIUSZ TRYZNOWSKI, Warszawa, PL

ROMAN SZEWCZYK, Warszawa, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Oliwia Czarnocka, Warszawa, PL

(54) Tytuł:

Układ do wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem oraz sposób wytwarzania cieczy zagęszczonych ścinaniem

PL 245990 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest układ do wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem zawierający komorę posuwisto-zwrotną, a także sposób wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem.

Ciecze zagęszczane ścinaniem (STF – ang. shear thickening fluids, ciecze dylatancyjne) należą do grupy płynów nienewtonowskich. Materiały te charakteryzują się wzrostem lepkości wraz ze wzrostem szybkości ścinania. Oznacza to, że wraz ze wzrostem szybkości mieszania na mieszadle będą odkładać się coraz większe siły utrudniające proces mieszania. Wartość tych siły będzie wzrastać wraz z zwiększeniem powierzchni mieszadła ścinającego STF. W skutek gwałtownego wzbudzenia np. uderzenia STF przekształca się w ciało stałe i ponownie wraca do pierwotnego stanu po zaniku bodźca. Ta unikalna cecha pozwala zastosować STF w aplikacjach wymagających odebrania gwałtownie narastających energii np. elementy ochrony ciała człowieka, płynne tarcze itp [Shear Thickening Fluid and Its Application in Impact Protection: A Review *Polymers* 2023, 15(10), 2238].

Ciecze zagęszczane ścinaniem otrzymuje się w wyniku dyspersji proszku ceramicznego w ciekłej osnowie polimerowej. Jako proszek ceramiczny stosuje się najczęściej krzemionkę mikro i nanometryczną o kształcie sferycznym lub bezpostaciowym (Selim Gürgen, Melih Cemal Kuşhan, Weihua Li, Shear thickening fluids in protective applications: A review – *Progress in Polymer Science* Volume 75, December 2017, Pages 48–72). Osnową jest najczęściej poli(glikol propylenowy) lub poli(glikol etylenowy) o różnej masie cząsteczkowej. Proces otrzymywania STF jest realizowany w mieszalniku i polega na dozowaniu proszku do osnowy polimerowej. W trakcie dozowania proszku ceramicznego wzrasta w mieszaninie lepkość utrudniająca mieszanie i dalsze prowadzenie procesu. Po osiągnięciu 15–20% wag. proszku ceramicznego w mieszaninie, bez względu na rodzaj geometrii stosowanego mieszadła (śmigłowe, śrubowe, wstęgowe, kotwicowe, ramowe) na powierzchni cieczy pojawia się skorupa nierozmieszanego proszku. Próba zdyspergowania proszku przez zwiększenie prędkości mieszadła kończy się deformacją mieszadła lub uszkodzeniem układu napędowego. Przyczyną tego zjawiska jest efekt zagęszczania ścinaniem, polegający na tym, że wraz ze wzrostem szybkości mieszania lepkość cieczy rośnie w sposób logarytmiczny.

Niekorzystny, w trakcie wytwarzania, efekt zagęszczania ścinaniem można częściowo wyeliminować prowadząc proces w podwyższonej temperaturze, najczęściej 50–150°C. Wraz ze wzrostem temperatury lepkość mieszaniny ulega obniżeniu, co ułatwia dalsze mieszanie. Jednak podwyższona temperatura powoduje nieodwracalne zmiany w osnowie polimerowej i utrudnia osiągnięcie założonej receptury w skutek rozkładu i odparowania lotnego składnika (Unexpected Method of High-Viscosity Shear Thickening Fluids Based on Polypropylene Glycols Development via Thermal Treatment doi.org/10.3390/ma15175818).

Inną metodą ograniczenia wysokiej lepkości podczas wytwarzania STF jest dodatek bezwodnego alkoholu etylowego [patent CN102191680B]. Wprowadzenie alkoholu etylowego, obniża lepkość mieszaniny, co znacząco skraca proces ujednoludnienia dozowanego proszku ceramicznego w osnowie organicznej. Dodatkowo w procesie prócz rozpuszczalnika stosuje się równolegle sonifikację zawiesiny [RSC Adv., 2023, 13, 7385–7391]. Wadą metody rozpuszczalnikowej jest konieczność usunięcia etanolu po dodaniu odpowiedniej ilości proszku ceramicznego. Odparowanie etanolu prowadzi się w podwyższonej temperaturze i pod zmniejszonym ciśnieniem [Procedia Engineering 173 (2017) 655–66]. Powyższa metoda wytwarzania STF ze względu na zastosowanie lotnego i palnego rozpuszczalnika może być trudna do implementacji w skali przemysłowej. Dodatkowo prócz mieszalnika wymagany jest układ wyparny pracujący pod zmniejszonym ciśnieniem.

Znane są w literaturze systemy mieszalników wyposażone zwykle w mieszadło oraz nieruchomą komorę mieszającą zespoloną np. połączeniem śrubowym z konstrukcją mieszalnika. Elementem ruchomym jest mieszadło o odpowiedniej konstrukcji zapewniającej mieszanie w całej objętości (Houari Ameer, Mohamed Bouzit, Abdellah Ghenaim, Hydrodynamics in a vessel stirred by simple and double helical ribbon impellers, *Cent. Eur. J. Eng.* 3(1) 2013 87–98). Wysokość końcówki mieszającej np. w mieszadle ramowym lub wstęgowym zbliżona jest do wysokości komory mieszalnika lub słupa mieszanej cieczy.

Ze względu na efekt zagęszczania ścinaniem wytworzenie SFT w konwencjonalnych mieszalnikach jest bardzo utrudnione lub wręcz niemożliwe. W konwencjonalnych rozwiązaniach, (gdzie komora mieszalnika i mieszadło nie poruszają się ruchem posuwisto-zwrotnym) dozowanie krzemionki powoduje zaleganie substancji stałej na powierzchni cieczy. Ten zalegający proszek zwilża się niewielką ilością cieczy w ten sposób, że robią się układy półstałej masy, na zewnątrz której jest warstwa cieczy,

a wewnątrz proszek ceramiczny. Takie półstałe masy bardzo utrudniają dalsze prowadzenie procesu, ponieważ w przypadku wzrostu prędkości mieszadła, jego prędkość jest blokowana przez efekt zagęszczania ścinaniem, prowadząc do uszkodzenia układu mieszającego. Taka sytuacja ma miejsce bez względu na rodzaj zastosowanej końcówki dyspergującej, rodzaj krzemionki i osnowy.

Problem otrzymywania jednorodnych cieczy zagęszczanych ścinaniem został rozwiązany dzięki zastosowaniu układu mieszającego w którym wykorzystano ruch posuwisto-zwrotnego komory mieszalnika z jednoczesnym regulowanym ruchem obrotowym mieszadła o odpowiedniej geometrii.

Istotą wynalazku jest układ do wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem zawierający komorę posuwisto-zwrotną, charakteryzujący się tym, że komora ma przekrój poprzeczny okrągły, i jest zespolona z górną płytą mocującą w sposób trwały lub rozłączny, a górna płyta mocująca jest połączona z dolną nieruchomą płytą mocującą za pomocą co najmniej jednego pręta liniowego z łożyskiem liniowym, które umożliwiają ruch posuwisto-zwrotny (górną-dół).

Ponadto, układ zawiera co najmniej jedną śrubę kulowej z nakrętką. Śruby kulowe usztywniają komorę jednak to pręty liniowe są głównie odpowiedzialne za zachowanie sztywności konstrukcji.

Na zewnątrz komory znajduje się także płaszcz grzejny, a we wnętrzu komory znajduje się wał mieszadła wraz z częścią dyspergującą.

Na jednym końcu wału mieszalnika znajduje się część dyspergująca zawierająca co najmniej dwie łopaty o kształcie wycinka koła, przy czym kąt nachylenia jednej łopaty w stosunku do wału mieszadła wynosi od 30° do 80° . Kąt rozwarcia określający kształt pojedynczej łopaty mieszadła, tj. kąt wycinka koła wynosi od 120° do 180° , a szerokość łopat wynosi 70–95% średnicy wewnętrznej komory. Wysokość łopat wynosi do 20% całkowitej wysokości komory.

Drugi koniec wału mieszadła służy do połączenia z napędem wprawiającym w ruch obrotowy wał. Przy tym, komora porusza się ruchem posuwisto-zwrotnym w stosunku do wału, tj. ruchem góra-dół.

Korzystnie, płaszczem grzejnym jest zewnętrzny płaszcz elektryczny o regulowanej mocy. Przy większych objętościowo konstrukcjach można zastosować komorę z zewnętrznym płaszczem na przegrzaną parę.

Korzystnie, wysokość komory jest większa niż jej szerokość. Najkorzystniej w stosunku 2:1 (wysokość: szerokość).

Kolejną istotę wynalazku stanowi sposób wytwarzania STF charakteryzujący się tym, że w etapie a) wprowadza się osnowę polimerową do komory mieszalnika w ilości nie większej niż 70% objętości komory mieszalnika.

W etapie b) wprowadza się komorę mieszalnika w ruch posuwisto-zwrotny, a następnie w kolejnym etapie c) ogrzewa się komorę mieszalnika i wprowadza w ruch obrotowy wał mieszadła, tak by osnowa polimerowa ogrzewała się równomiernie w całej swej objętości.

W etapie d) wprowadza się proszek ceramiczny w ilości do 30% wag. względem osnowy polimerowej. Szybkość dozowania jest zmienna. Zasada jest taka, że na początku dozuje się szybko, a wraz ze wzrostem fazy stałej w mieszaninie – coraz wolniej.

Maksymalna ilość osnowy jaka może zostać wprowadzona do komory mieszalnika w etapie a) to 70%, w stosunku do objętości komory. Jednak, im większa ma być zawartość fazy stałej w cieczy, tym mniej osnowy dodaje się do mieszalnika. Receptura w postaci 70% zapełnienia komory i 30% krzemionki nie zmieści się w mieszalniku, ze względu na objętość zanurzonego mieszadła.

W kolejnym etapie e), reguluje się częstotliwość ruchu posuwisto-zwrotnego komory mieszalnika i obrotów wału mieszadła, celem uzyskania jednorodnej mieszaniny.

Korzystnie, osnowę polimerową stanowi poli(glikol propylenowy) o masie cząsteczkowej od 400 do 2700 g/mol lub poli(glikol etylenowy) o masie cząsteczkowej od 200 do 400 g/mol.

Korzystnie, w etapie b) komora mieszalnika wprowadzona jest w ruch posuwisto-zwrotny o częstotliwości od 0,01 do 2 Hz.

Korzystnie, w etapie c) ogrzewa się komorę mieszalnika do temp. 95°C .

Korzystnie, wał mieszadła w etapie c) obraca się z częstotliwością 2500–3000 obr./min.

Korzystnie, w etapie e) częstotliwość ruchu komory mieszalnika reguluje się w zakresie od 2 do 0,01 Hz, a obroty wału mieszadła od 300 do 3000 obr./min.

Zaletą wynalazku jest prosty i efektywny wysokowydajny układ do wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem. Dzięki ruchom posuwisto-zwrotnym komory, mieszadło efektywnie dysperguje krzemionkę w całej objętości cieczy. Jednocześnie, stosunkowo mała powierzchnia/objętość końcówki dyspergującej napotyka na niewielki opór cieczy przez co można zastosować układy napędowe o mniejszej

mocy w stosunku do rozwiązań konwencjonalnych opartych o mieszadła kotwicowe, ramowe lub wstęgowe, co przejawia się mniejszym zużyciem energii, jak również materiału potrzebnego na konstrukcję mieszadła.

Przedmiot wynalazku został zilustrowany na rysunku na którym:

- Fig. 1 przedstawia przekrój w rzucie prostokątnym układu mieszającego, w pozycji maksymalnego wynurzenia mieszadła, mieszadła pod powierzchnią lustra cieczy, pozycji maksymalnie zanurzonego mieszadła w cieczy.
- Fig. 2A przedstawia widok z boku na mieszalnik z połączeniem trwałym pomiędzy górną płytą mocującą i komorą mieszalnika.
- Fig. 2B przedstawia widok z boku na mieszalnik z połączeniem rozłącznym pomiędzy górną płytą mocującą i komorą mieszalnika.
- Fig. 3A przedstawia widok od dołu na mieszalnik z połączeniem trwałym pomiędzy górną płytą mocującą i komorą mieszalnika.
- Fig. 3B przedstawia widok od dołu na mieszalnik z połączeniem rozłącznym pomiędzy górną płytą mocującą i komorą mieszalnika.
- Fig. 4A przedstawia widok od góry na mieszalnik z połączeniem trwałym pomiędzy górną płytą mocującą i komorą mieszalnika.
- Fig. 4B przedstawia widok od góry na mieszalnik z połączeniem rozłącznym pomiędzy górną płytą mocującą i komorą mieszalnika.
- Fig. 5A przedstawia mieszadła o kształcie kącie rozwarcia 120° .
- Fig. 5B przedstawia łopaty mieszadła o kącie rozwarcia 180° .
- Fig. 6A przedstawia widok od dołu na część łopaty mieszadła.
- Fig. 6B przedstawia kształt pojedynczej łopaty mieszadła z oznaczeniem kąta wycinku koła tj. kąta rozwarcia pojedynczej łopaty mieszadła.
- Fig. 7 przedstawia prostopadły widok elementu mieszającego, na którym widoczny jest kąt nachylenia łopaty w stosunku do wału mieszadła.

Przedmiot wynalazku został bliżej przedstawiony w poniższych przykładach wykonania:

Jako proszki ceramiczne stosuje się krzemionki o nieregularnym rozmiarze ziarna, otrzymywane metodą płomieniową, o wielkości od 7 nm do 400 μm oraz krzemionki sferyczne o wielkości ziarna 40–800 μm .

W niniejszym zgłoszeniu pojęcie układu do wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem jest tożsame z określeniem mieszalnik i używane jest zamiennie.

Przez część dyspergującą należy rozumieć łopaty mieszadła, a określenia te używane są zamiennie.

Przez ruch posuwisto-zwrotny w niniejszym zgłoszeniu należy rozumieć ruch góra-dół.

Pojęcie „ciecz”, „osnowa” lub „osnowa polimerowa” oznacza substancję, która otacza proszek ceramiczny. W niniejszym wynalazku jest to poli(glikol etylenowy) lub poli(glikol propylenowy).

Przykład 1: Budowa mieszalnika

Mieszalnik zawiera stalową komorę (A) o przekroju poprzecznym okrągłym, na zewnątrz której znajduje się elektryczny płaszcz grzejny (J) o regulowanej mocy 0–100%. Moc płaszcza grzejnego (J) zależy od wielkości komory (A).

Komora (A) mieszalnika jest zespolona z górną płytą mocującą (E) w sposób trwały za pomocą połączenia trwałego (K) tj. w procesie spawania spoiną łącząca komorę (A) z górną płytą mocującą (E). W alternatywnym przykładzie, komora (A) mieszalnika jest zespolona z górną płytą mocującą (E) rozłącznie, tj. mocowana jest za pomocą śrub (N) pomiędzy kołnierzem (L) komory (A), a płytą mocującą (E), w taki sposób, że zapewnia stabilność konstrukcji.

Górna płyta mocująca (E) połączona jest również z dolną, nieruchomą płytą mocującą (F), która stanowi podporę konstrukcji. Płyty mocujące (E) i (F) są połączone ze sobą dwoma śrubami kulowymi (G), na które przypadają dwa pręty liniowe (H) z łożyskami liniowymi (I), umożliwiając zarówno stabilizację komory (A), jak również ruch współosiowy komory (A), względem wału mieszadła (B). Dolna płyta (F) ma w centralnej części otwór o średnicy większej niż płaszcz grzejny (J), tak by komora (A) wraz z otaczającym go płaszczem grzejnym (J) mogła swobodnie się przez ten otwór poruszać.

Kształt górnej płyty mocującej (E) nie ma większego znaczenia, istotne jest by miała otwory do zespolenia z pozostałymi elementami. W niniejszym przykładzie wykonania jako górną płytę mocującą (E) i dolną płytę mocującą (F) wykorzystano płyty kwadratowe. W alternatywnym przykładzie wykonania, wykorzystano płyty okrągłe, inne zaś kształty płyt mocujących (E) i (F) są ekonomicznie nieuzasadnione.

Niniejszy przykład wykonania dotyczy mieszalnika o objętości komory 0,5 L. Stosunek wysokości do szerokości komory mieszalnika (A) wynosi 2:1. Komory o innych wymiarach są mniej korzystnie ponieważ, wymagają bądź dłuższego ramienia mieszadła lub większego momentu obrotowego.

W mieszalnikach o objętościach komory od 0,5 do 2 L zastosowano 1 śrubę kulową i 1 pręt liniowy. Większa objętość mieszalnika wymaga większej liczby prętów i śrub do ustabilizowania konstrukcji. Dlatego w mieszalnikach o objętości od 2 do 10 L zastosowano 2 śruby kulowe i 2 pręty liniowe. W przypadku większych mieszalników, stosuje się odpowiednio więcej.

Komora (A) jest od góry otwarta, dzięki czemu możliwe jest dozowanie do niej sypkich substancji od góry. Komora (A) zawiera mieszadło, które wprowadzane jest w regulowany ruch obrotowy za pomocą napędu mocowanego w punkcie mocowania napędu (M). Mieszadło zawiera wał (B) mieszadła i dwie łopaty (D) mieszające. Do jednego końca wału (B) przyłączone są 2 łopaty (D) mieszające o kształcie półprzestworu przedstawionym na Fig. 6B, których kształt określa kąt (β), który jest kątem wycinka koła. W niniejszym przykładzie wykonania kąt (β) wynosił 120°. W alternatywnym przykładzie wykorzystano mieszadła o kącie (β) wynoszącym do 180°.

Łopaty (D) mieszadła nachylone są pod kątem (α) w stosunku do wału (B) mieszadła, zapewniając optymalne parametry mieszania, co przedstawiono w Tabeli 1.

Drugi koniec wału (B) mieszadła służy do dołączenia napędu wprowadzającego w ruch obrotowy wał (B) mieszadła. W niniejszym przykładzie wykonania, do wprowadzania w ruch obrotowy wał (B) mieszadła wykorzystano silnik synchroniczny Beckhoff AM3063-0N40 4,39 kW/5000 obr./min. 15,8 Nm.

W niniejszym przykładzie wykonania, komorę mieszalnika, wał mieszadła i łopaty mieszadła wykonano ze stali nierdzewnej. Mieszalnik służy do wytwarzania STF, które mają właściwości cierne, dlatego też w mieszalniku ze stali nierdzewnej obserwuje się niewielkie ścieranie. W związku z tym, w alternatywnych przykładach wykonania, wykorzystano też inne materiały. W jednym z nich, komorę (A) wykonano ze stali, która została poddana dodatkowemu emaliowaniu/szklowaniu. Komora emaliowana ma tę zaletę, że praktycznie nie ściera się powierzchnia ścianek.

Przykłady mieszalników o innych parametrach objętości komory (A) i rozmiaru łopat (D) mieszadła, przedstawiono w Tabeli 1.

Tabela 1. Zestawienie parametrów przykładowych komór

Srednica zew.	Srednica wew.	dlugość komory	całkowita objętość komory	zapełnienie komory w 70%	zapełnienie komory w 35%	średnica S1 łopaty		kat pochylenia łopaty
mm	mm	mm	dm ³	dm ³	dm ³	70% średnicy komory	95% średnicy komory	α
						mm	mm	30°-80°
114,3	106,3	229	2,0	1,4	0,7	74	101	
139,7	131,7	279	3,8	2,7	1,3	92	125	
168,3	160,3	337	6,8	4,8	2,4	112	152	
219,1	211,1	438	15,3	10,7	5,4	148	201	
273	265	546	30,1	21,1	10,5	186	252	
323,9	315,9	648	50,7	35,5	17,8	221	300	
355,6	347,6	711	67,5	47,2	23,6	243	330	
406,4	398,4	813	101,3	70,9	35,4	279	378	

Optymalne wyniki uzyskano, gdy kąt (α) pochylenia łopaty wynosił od 35° do 45°. W alternatywnych przykładach wykonania, w których kąt (α) pochylenia łopaty wynosił od 45° do 80° był mniej korzystny, jednak w dalszym ciągu efektywny.

Na Fig. 1 przedstawiono przekrój w rzucie prostokątnym układu mieszającego w trzech pozycjach roboczych, pozycja nr 1 to pozycja maksymalnego wynurzenia mieszadła, pozycja nr 2 to pozycja, w której mieszadło znajduje się pod powierzchnią lustra cieczy, pozycja nr 3 to pozycja maksymalnie zanurzonego mieszadła w cieczy.

Przykład 2. Sposób wytwarzania STF – z wykorzystaniem poli(glikolu propylenowego) o masie cząsteczkowej 400 g/mol

W mieszalniku pojemności 3,2 litra umieszczono 1,6 litra osnowy polimerowej (C), tj. poli(glikolu propylenowego) o masie cząsteczkowej 400 g/mol. Łopaty mieszadła (D) znajdują się wysoko nad lustrem cieczy, przy maksymalnej pozycji na jaką można obniżyć komorę mieszalnika (pozycja 1, Fig. 1).

Im większa ma być zawartość fazy stałej w osnowie, tym mniej osnowy (C) dodaje się do mieszalnika. Wynika to z faktu, że im wyższa zawartość krzemionki w osnowie, tym lepsze właściwości barierotwórcze, dlatego w takich przypadkach zapełnia się komorę w ilości 30–35% objętości.

Rozpoczęcie procesu może jednak nastąpić w dowolnej pozycji/wysokości komory, co nie ma wpływu na uzyskiwany efekt. Przy komorze objętości kilku m³, gdy płyta dolna (F) jest zamontowana w płaszczyźnie kondygnacji pomieszczenia, a komora obniża się przez otwór w podłodze wygodniej jest wprowadzać osnowę polimeru do komory (A) w pozycji 1 przedstawionej na Fig. 1, gdzie mieszadło jest maksymalnie podniesione do góry. W mniejszej skali, gdy mały mieszalnik ustawiony jest na stole laboratoryjnym, to wygodnie jest wprowadzać osnowę polimeru do komory (A) w pozycji 3 przedstawionej na Fig. 1, gdy mieszadło jest przy dnie komory (A).

W następnym etapie, na początku komora (A) mieszalnika jest wprawiana w ruch posuwisto-zwrotny o częstotliwości 2 Hz. W jednym przykładzie wykonania, ruch posuwisto-zwrotny zapewniają dwie śruby kulowe/trapezowe. W innym przykładzie wykonania, wykorzystano do tego celu podnośnik hydrauliczny. W alternatywnym przykładzie wykonania użyto podnośnik pneumatyczny.

W kolejnym etapie ogrzewa się komorę (A) i wprowadza się mieszadło (B) w ruch obrotowy do 2500 obr./min. Po osiągnięciu temp. osnowy polimerowej ok. 95°C dozuje się proszek ceramiczny w ilości 15% wag. w stosunku do ilości osnowy polimerowej. Proszek ceramiczny dozuje się powoli wykorzystując do tego celu elastyczne przyłącze grawitacyjne, alternatywnie pneumatyczne.

Na etapie dozowania częstotliwość ruchów posuwisto-zwrotnych komory mieszalnika (góra-dół) wynosiła ok. 2 Hz.

W miarę zwiększania się zawartości fazy stałej w STF do 30%, zmniejszana jest częstotliwość ruchów komory do około 0,5 Hz. Zwiększając zawartość fazy stałej do 40% wag. zmniejsza się częstotliwość ruchów posuwisto-zwrotnych z 0,5 do 0,01 Hz i jednocześnie, stopniowo zmniejsza się liczbę obrotów mieszadła do 300 obr./min. Ruch posuwisto-zwrotny komory mieszalnika o zmiennej amplitudzie i częstotliwości jest realizowany przez cały proces bez zatrzymywania.

W przypadku, gdy na końcówce dyspergującej (D) odłoży się półstała masa, opuszcza się komorę mieszalnika do pozycji 1 i zwiększa się obroty do 3000 obr./min. W tych warunkach pod wpływem siły odśrodkowej większość półstałej masy odrywa się od mieszadła na boczne ścianki komory (A). Następnie przesuwając komorę do pozycji 2, następuje zwilżanie łopat (D) mieszadła cieczą. Wraz z półstałą masą, również wytwarzana ciecz pod wpływem siły odśrodkowej osadza się na ściankach komory (A), co powoduje "ściągnięcie" półstałej masy z powrotem do mieszalnika. Jest to proces samooczyszczania się końcówki mieszającej w trakcie procesu.

Natomiast, przy zawartości 20-40% wag. fazy stałej (proszku ceramicznego) pojawia się tendencja do zalegania proszku ceramicznego na powierzchni cieczy. Wówczas należy podnieść mieszalnik do pozycji, w której część dyspergująca (D) znajduje się tuż pod powierzchnią lustra cieczy (pozycja 2, Fig. 1), lub na granicy lustra cieczy, co prowadzi do zwilżenia proszku ceramicznego cieczą z wnętrza komory (A).

Proces mieszania prowadzi się do momentu ujednorodnienia mieszaniny, tzn. do momentu bez dostrzegalnych wtrąceń zbryleń grudek fazy stałej.

Przykład 3 Sposób wytwarzania STF – z wykorzystaniem poli(glikolu propylenowego) o masie cząsteczkowej 2700 g/mol

Sposób wytwarzania STF jest analogiczny jak w przykładzie pierwszym z tym, że do mieszalnika wprowadza się 1,6 litra poli(glikolu propylenowego) o masie cząsteczkowej 2700 g/mol. Następnie zwiększając zawartość fazy stałej z 15 do 30% wag. proces dozowania proszku ceramicznego prowadzi się okresowo w ten sposób, że po każdej porcji proszku (od 15 do 40 g), przy częstotliwości ruchów posuwisto-zwrotnych w zakresie 0,5–0,01 Hz mieszadło przetrzymuje się w górnej połowie wysokości słupa cieczy do momentu zwilżenia porcji proszku cieczą, a następnie zwiększa się amplitudę ruchów mieszadła z 0,5 do 0,55 Hz (z pozycji 1 do pozycji 2).

W analogicznych przykładach wykonania wykorzystano poli(glikol etylenowy) uzyskując zbliżone rezultaty.

Przykład 4 – Wytwarzanie STF z mieszadłem, w którym kąt $\beta = 120^\circ$

W komorze (A) o szerokości 139,7 mm i wysokości 279 mm wprowadzono 1,3 dm³ poli(glikolu propylenowego) o masie cząsteczkowej 2700 g/mol, co stanowi około 35% wypełnienia komory. Do uzyskania wysoko lepkiej cieczy o dobrych właściwościach barierotwórczych w przykładzie wykonania użyto 1100 g krzemionki uzyskując zawartość fazy stałej w cieczy na poziomie 45% wag.

W przykładzie wykonania wykorzystano mieszadło wyposażone w dwie łopaty (D), tj. dwa półpierścienie o średnicy (S1) wynoszącym 92 mm, $\alpha=45^\circ$, $\beta=120^\circ$, co przedstawiono na Fig. 5 i Fig. 6.

Lista oznaczeń odsyłających:

- A – komora mieszalnika
- B – wał mieszadła
- C – osnowa polimerowa
- D – część dyspergująca
- E – górna płyta mocująca
- F – dolna płyta mocująca
- G – śruby kulowe
- H – pręty liniowe
- I – łożyska liniowe
- J – płaszcz grzejny
- K – połączenie trwałe (spawane) górnej płyty z komorą mieszalnika
- L – kołnierz, tj. połączenie rozłączne (kołnierzowe) górnej płyty z komorą mieszalnika
- M – mocowanie napędu
- N – śruby łączące górną płytę z kołnierzem mieszalnika
- S1 – szerokość łopat mieszadła

Zastrzeżenia patentowe

1. Układ do wytwarzania cieczy zagęszczanych ścinaniem zawierający komorę posuwisto-zwrotną (A), **znamienny tym**, że komora (A) ma przekrój poprzeczny okrągły, i jest zespolona z górną płytą mocującą (E) w sposób trwały lub rozłączny, a górna płyta mocująca (E) jest połączona z dolną nieruchomą płytą mocującą (F) za pomocą co najmniej jednego pręta liniowego (H) z łożyskiem liniowym (I), oraz co najmniej jednej śruby kulowej z nakrętką (G), przy czym na zewnątrz komory (A) znajduje się płaszcz grzejny (J), a we wnętrzu komory (A) znajduje się wał (B) mieszadła na jednym końcu którego, znajdują się część dyspergująca zawierająca co najmniej dwie łopaty (D) o kształcie wycinka koła, przy czym kąt (α) nachylenia jednej łopaty (D) w stosunku do wału (B) wynosi od 30° do 80° oraz kąt (β) od 120° do 180° , a szerokość (S1) łopat (D) wynosi 70–95% średnicy wewnętrznej komory (A) i wysokości łopat (D) do 20% całkowitej wysokości komory (A), a drugi koniec wału (B) mieszadła połączony jest z napędem (M) wprawiającym w ruch obrotowy wał (B), przy czym komora (A) porusza się ruchem posuwisto-zwrotnym w stosunku do wału (B).
2. Układ wg. zastrz. 1, **znamienny tym**, że płaszczem grzejnym (J) jest zewnętrzny płaszcz elektryczny o regulowanej mocy lub zewnętrzny płaszcz na przegrzaną parę.
3. Układ wg. zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że wysokość komory (A) jest większa niż jej szerokość.
4. Układ wg. zastrz. 3, **znamienny tym**, że stosunek wysokości komory (A) do jej szerokości wynosi 2:1.
5. Sposób wytwarzania cieczy zagęszczonych ścinaniem w układzie określonym zastrz. 1–4 **znamienny tym**, że obejmuje następujące etapy:
 - a) wprowadza się osnowę polimerową (C) do komory (A) mieszalnika w ilości nie większej niż 70% objętości komory (A) mieszalnika,
 - b) wprowadza się w ruch posuwisto-zwrotny komorę (A) mieszalnika,
 - c) ogrzewa się komorę (A) mieszalnika, wprowadzając również w ruch obrotowy wał (B) mieszadła,
 - d) wprowadza się proszek ceramiczny porcjami, w ilości do 30% wag. względem osnowy polimerowej (C),
 - e) reguluje się częstotliwość ruchu posuwisto-zwrotnego komory mieszalnika (A) i obrotów wału (B) mieszadła.
6. Sposób wg. zastrz. 5, **znamienny tym**, że osnowę polimerową (C) stanowi poli(glikol propylenowy) o masie cząsteczkowej od 400 do 2700 g/mol lub poli(glikol etylenowy) o masie cząsteczkowej od 200 do 400 g/mol.

7. Sposób wg. zastrz. 5 albo 6, **znamienny tym**, że w etapie b) komora (A) wprowadzona jest w ruch posuwisto-zwrotny o częstotliwości od 0,01 do 2 Hz.
8. Sposób wg. dowolnego z zastrz. 5 do 7, **znamienny tym**, że w etapie c) ogrzewa się komorę (A) do temp. 95°C.
9. Sposób wg. dowolnego z zastrz. 5 do 8, **znamienny tym**, że wał (B) w etapie c) obraca się z częstotliwością 2500–3000 obr./min.
10. Sposób wg. dowolnego z zastrz. 5 do 9, **znamienny tym**, że w etapie e) częstotliwość ruchu komory (A) reguluje się w zakresie od 2 do 0,01 Hz, a obroty wału mieszadła (B) od 300 do 3000 obr./min.

Rysunki

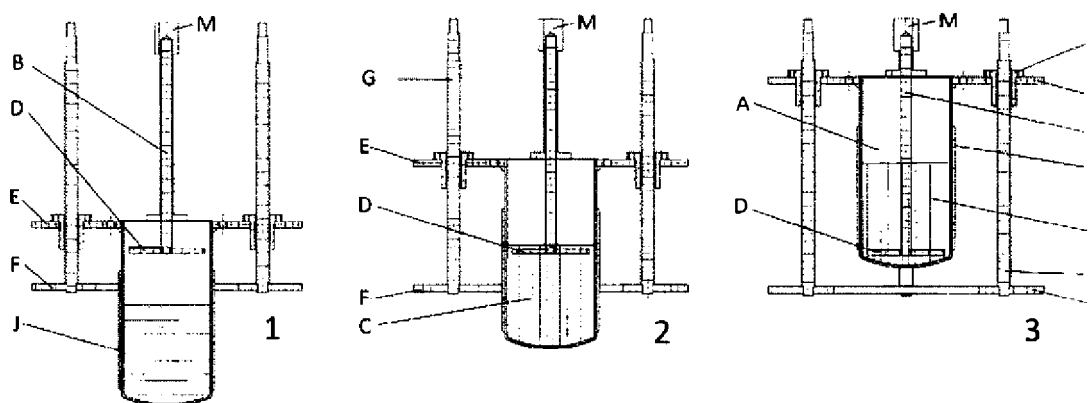


Fig. 1

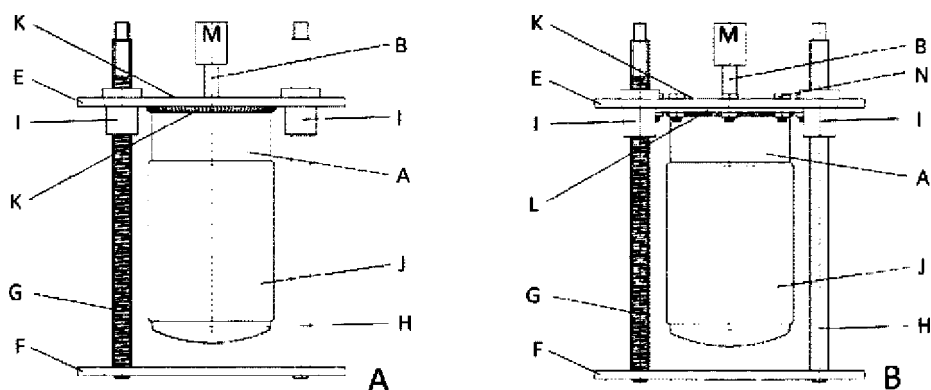


Fig. 2

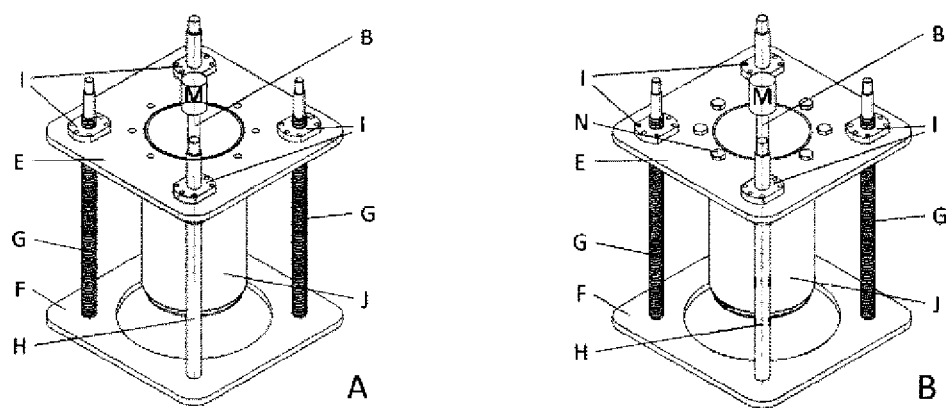


Fig. 3

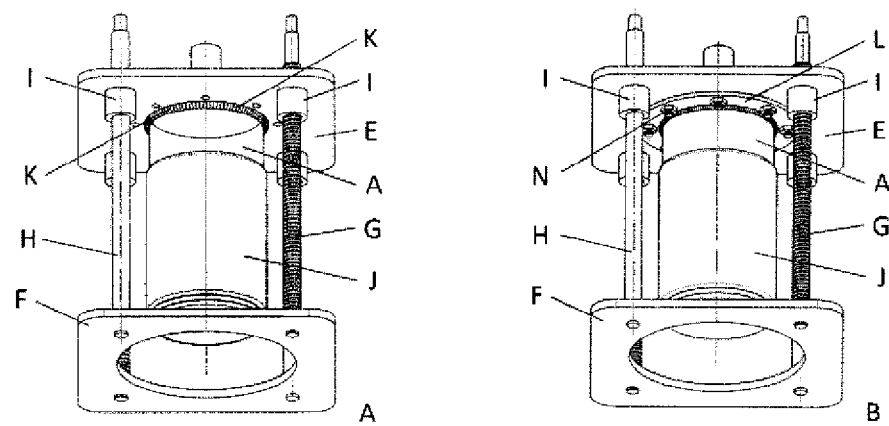


Fig. 4

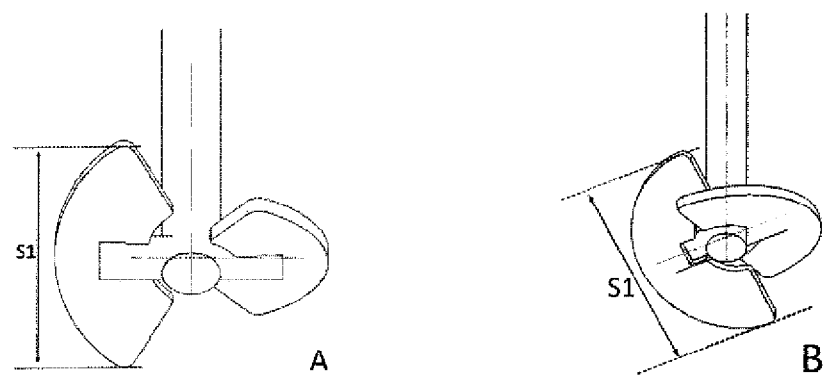


Fig. 5

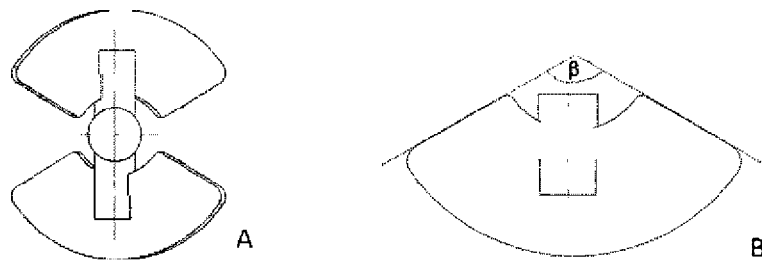


Fig. 6

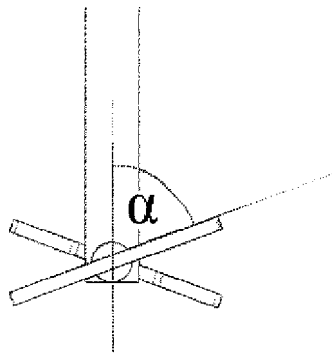


Fig. 7