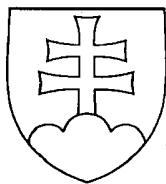


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

**ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA
VYNÁLEZU**

- (22) Dátum podania: 07.09.90
(31) Číslo prioritnej prihlášky: 3252/89
(32) Dátum priority: 07.09.89
(33) Krajina priority: CH
(40) Dátum zverejnenia: 06.05.98
(86) Číslo PCT:

(21) Číslo dokumentu:

4361-90

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl.⁶:

**C 07D 251/28,
B 01J 2/10**

(71) Prihlasovateľ: LONZA A.G., Gampel/Wallis (Geschäftsleitung: Basel), CH;

(72) Pôvodca vynálezu: Skaria Alexander, Dr., Stäfa (Kanton Zürich), CH;

(54) Názov prihlášky vynálezu: **Spôsob zlepšenia tekutosti jemnozrnného tuhého kyanurchloridu**

(57) Anotácia:
Desublimáciou alebo rozprašovacou kryštalizáciou získaný kyanurchlorid sa kvôli zlepšeniu tekutosti podrobí v hnetáči alebo miešači pri zohrievaní na teplotu pod teplotou topenia namáhaniu strihom.

Spôsob zlepšenia tekutosti jemnozrnného tuhého kyanurchloridu

Oblasť techniky

Predložený vynález sa týka spôsobu zlepšenia tekutosti jemnozrnného tuhého kyanurchloridu.

Doterajší stav techniky

Kyanurchlorid je dôležitý medziprodukt pri výrobe farbív, optických zjasňovacích prostriedkov /opt. zjasňovadiel/, prostriedkov na ochranu rastlín, farmaceutických látok, ako aj pomocných prostriedkov používaných pri výrobe textilu, papiera a plastických látok.

Technicky sa kyanurchlorid vyrába trimerizáciou chlórkyánu v plynnej fáze. Plynný kyanurchlorid, vznikajúci pri trimerizácii, sa buď priamo desublimuje do studeného prúdu inertného plynu alebo sa najprv skvapalní a potom kryštalizuje rozprašovaním. Nadobúda pritom formu veľmi jemnozrnného prachu. Je známe, že tento prach, získaný desublimáciou, má len nedostatočnú tekutosť.

Táto nedostatočná tekutosť vedie k ťažkostiam pri skladovaní, transporte, dávkovaní a ďalšom spracovaní produktu. Pri skladovaní dochádza k tvorbe hrúd a mostíkov, ktoré sťažujú odber zo zásobníkov a pri transporte potrubím dochádza ľahko k jeho zapchaniu. Dávkovanie a napríklad rozpúšťanie v rozpúšťadlách pri ďalšom spracovaní bráni nepravidelným tečeniam materiálu.

Preto je nevyhnutné a obvyklé robiť opatrenia na zlepšenie tekutosti kyanurchloridu. S cieľom dosiahnuť toto zlepšenie sa doteraz pridávala k produktu vysoko disperzná kyselina kremičitá, ktorá je známa napr. pod označením Aerosil^R a je aj u mnohých iných látok používaná ako pomocný prostriedok na stekutenie. Táto látka je síce úplne inertná, ale pre určité použitia je nežiadúce primiešať ku kyanurchloridu cudzie látky.

Predložený vynález si kladie za úlohu vypracovať spôsob, ktorý umožní bez veľkých technických nákladov, najmä ale bez rušivých prísad, zlepšiť tekutosť zrnitého kyanurchloridového prachu pri zachovaní jeho reaktivity.

Podľa vynálezu je táto úloha vyriešená spôsobom podľa tohto vynálezu.

Podstata vynálezu

Prekvapivo bolo objavené, že kyanurchloridový prach, ktorý sa mieša, prípadne miesi pri zvýšenej teplote a pôsobením dostatočne veľkých strihových síl, mení rozloženie zŕn a najmä sa značne zlepšujú jeho vlastnosti tečenia. Taký postup, ktorý je tým známy, že môže viesť k zväčšeniu častíc, je opísaný napr. C.E. Capes/om/ v Kirk Othmer's Encyklopedia of Chemical Technology, 3. vyd., diel 21, str. 77 ff až 87 f, pri použití miešačov rôznych konštrukcií na aglomeráciu jemnozrnných materiálov. Pri týchto známych použitíach je ale potrebná prítomnosť kvapalnej fázy buď vo forme rozprašovaného spojiva, alebo vo forme samotného vlhkého aglomerujúceho materiálu, na získanie tuhých aglomerátov, ktoré sa pri mechanickom zaťažení opäť hneď nerozpadnú.

Spôsob podľa vynálezu vychádza oproti tomu z toho, že vôbec nepoužíva prísadu kvapaliny alebo spojiva, napriek tomu vedie ku granulovaniu kyanurchloridu odolného voči tlaku.

Kyanurchlorid sa recirkuluje podľa vynálezu buď priamo po odbere z desublimačnej komory, príp. rozprašovacej kryštalizačnej komory alebo po medziuskladnení v hnetáči alebo miešači pri teplote účelne 20 až 146 °C, výhodne 60 až 120 °C. Hnetacie, prípadne miešacie zariadenie je výhodne vykurované, osobitne výhodne sú vykurované miešače s rotujúcim miešacím zariadením, ako napr. miešač s pluhovou radlicou, miešač s vodiacou lopatkou alebo pádlový miešač. Teplo sa môže privádzať nielen vonkajším vykurovaním, napr. formou vyhrievacieho plášt'a, ktorým prebieha bežné teplonosné médium alebo obsahuje elektrické vyhrievacie články, ale aj príslušne vytvoreným hnetacím, prípadne miešacím zariadením alebo kombináciou obidvoch metód. Teplo sa tiež môže privádzať úplne alebo čiastočne vháňaním zohriateho inertného plynu do hnetáča, prípadne miešača, kde pôsobí na obsiahnutý kyanurchlorid. V tomto prípade budú odplyny, ktoré zákonite obsahujú trocha odpareného kyanurchloridu, prednostne recirkulované do sublimačnej komory, aby úbytok látky bol pokiaľ možno nepatrný. Osobitne rýchle a výkonné privádzanie tepla môže byť dosiahnuté kombináciou metód.

Doba spracovania je výhodne medzi 10 minútami a 10 hodinami a závisí od teploty, intenzity miešacieho procesu a požadovanej zrnitosti. Za podmienok zvolených v príkladoch uskutočnenia sa ukázala ako osobitne výhodná doba spracovania 1 až 2 hodiny.

U dosiahnutej štruktúry zrn okrem termického pôsobenia hrajú v prvom rade úlohu vyskytujúce sa strihové sily. Počet otáčok hnetacích, prípadne miešacích prvkov sa volí preto účelne tak, že z rýchlosti otáčok a rozmerov šmykovej škáry vyplýva postačujúce šmykové namáhanie spracovaného materiálu. Rýchlosť otáčok hnetacích a miešacích prvkov je prednostne medzi 0,1 až 10 m/s, osobitne výhodný je rozsah medzi 2 a 5 m/s.

Po spracovaní sa kyanurchlorid ochladí výhodne asi na 10 až 50 °C, prednostne na 20 až 30 °C, teda približne na izbovú teplotu. Ochladenie sa môže uskutočňovať v rovnakom zariadení, v ktorom sa robilo mechanické spracovanie, tiež je ale možné uskutočňovať chladenie vo osobitnom miešači rovnakej alebo odchyľnej konštrukcie. Pretože pritom musí byť zaručený len dostatočný prestup tepla, sú pre tento cieľ použiteľné zariadenia, v ktorých nie je plnený materiál podrobovaný žiadnemu podstatnému šmykovému namáhaniu, ako napr. bubnový miešač alebo miešač s voľným pádom materiálu. Odvod tepla môže prebiehať rovnakým spôsobom ako prívod tepla a to stenami a/alebo miešacími prvkami, je však tiež možné dosiahnuť priame chladenie privádzaním chladného alebo kondenzovaného plynu, ako napr. vzduchu alebo dusíka v kvapalnom alebo plynnom stave alebo skvapalneného oxidu uhličitého.

Po ochladení sa kyanurchlorid známym spôsobom vyberie a potom zabalí alebo uskladní. Ak je to požadované, môže sa dosiahnuť ďalšie zlepšenie tekutosti miešaním so známym pomocným prostriedkom, ako je napr. vyššie uvedený Aerosil^R.

Nasledujúce príklady objasňujú priebeh spôsobom podľa vynálezu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklady 1 až 3 boli uskutočnené s desublimovaným kyanurchloridom. Tekutosť bola vždy určená Jenike-ovou šmykovou skúškou. Ako miera tekutosti bol sledovaný práve pomer spevneného napätia δ_1 k pevnosti sypkého materiálu f_c . Tento pomer sa nazýva Jenikeova funkcia tekutosti $FF_c / FF_c = \delta_1 / f_c$. Neupravený kyanurchlorid vykazuje typicky nasledujúce hodnoty:

bez stekutovacej prísady: $FF_c = 1,8-2,0$

s stekutovacou prísadou: $FF_c = 4,0-6,0$

Príklad 1

Vo vykurovanom hmetači s kapacitou 2 l bol miesený 1 kg kyanurchloridu so strednou veľkosťou zrna 11 μm , pri 100 °C a 40 otáčkach/min (obvodová rýchlosť = 0,12 m/s). Už po hodine stúpila stredná veľkosť častíc na 15 μm a hodnota FF_c na 14. Ďalším spracovaním sa stredná veľkosť častíc stále zväčšovala a po 6 hodinách dosiahla hodnotu 40 μm .

Príklad 2

Vo vykurovanom miešači s pluhovou radlicou /Fabrikat LOEDIGE, typ VT 50/ sa miešalo 25 kg kyanurchloridu pri teplote 85 °C a obežnej rýchlosti miešacích prvkov 2,5 m/s. Stredná veľkosť zrn dosiahla z východiskovej hodnoty 11 μm po 1 hodine 15 μm a po 2 hodinách 25 μm . Tekutosť sa už po hodine značne zlepšila tak, že po pridaní stekutovacieho prostriedku mohla byť odmeraná hodnota FF_c 21.

Príklad 3

Postupovalo sa ako v príklade 2, ale pri teplote miešaného materiálu 95 °C a obežnej rýchlosti 3,14 m/s. Stredná veľkosť častíc stúpla z 11 μm na 18 μm/po 1 hodine/, prípadne na 25 μm /po 2 hodinách/. Hodnota FF_c bola po hodine 5,5 /bez prísady stekutovadla/, prípadne 9,7 /s prísadou stekutovadla/.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Spôsob zlepšenia tekutosti jemnozrnného tuhého kyanurchloridu, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že sa kyanurchloridový prach aglomerizuje v hnetači alebo miešači bez prísady spojiva pri teplote 20 až 146 °C vplyvom šmyku a produkt sa následne ochladí na izbovú teplotu.
2. Spôsob podľa nároku 1, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že aglomerácia častíc sa uskutočňuje pri teplote 60 až 120 °C.
3. Spôsob podľa nároku 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že chladenie sa uskutočňuje nepriamo cez miešacie prvky a/alebo steny.
4. Spôsob podľa nároku 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že chladenie sa uskutočňuje priamo privádzaním inertného chladiaceho média.
5. Spôsob podľa jedného alebo viacerých z nárokov 1 až 4, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že nutný prívod tepla na dosiahnutie teploty miešania sa uskutočňuje úplne alebo čiastočne miešacími prvkami a/alebo stenami.
6. Spôsob podľa jedného alebo viacerých z nárokov 1 až 5, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že potrebný prívod tepla na dosiahnutie teploty miešania sa uskutočňuje úplne alebo čiastočne vpustením horúceho inertného plynu do hnetača alebo miešača.

7. Spôsob podľa jedného alebo viacerých z nárokov 1 až 6, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že obehová rýchlosť hnetacích alebo miešacích prvkov je 0,1 až 10 m/s.

8. Spôsob podľa nároku 7, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že obehová rýchlosť hnetacích alebo miešacích prvkov je 2 až 5 m/s.

9. Spôsob podľa jedného alebo viacerých z nárokov 1 až 8, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že čas zdržania kyanurchloridu v miešacom alebo hnetacom stroji je 10 minút až 10 hodín.

10. Spôsob podľa nároku 9, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že čas zdržania kyanurchloridu je 1 až 2 hodiny.

11. Spôsob podľa jedného alebo viacerých z nárokov 1 až 10, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že aglomerácia častíc sa uskutočňuje vo vyhrievanom miešači s pluhovou radlicou.

12. Spôsob podľa jedného alebo viacerých z nárokov 1 až 11, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že ku kyanurchloridu je primiešaná druhotne vysoko disperzná kyselina kremičitá.