

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 12.III.1964 (P 103 992)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 31.X.1969

Kl. 12 e, 4/50

MKP B 01 f,

3/08

UKD

Twórca wynalazku: mgr inż. Michał Otowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Tłuszczowego, Warszawa (Polska)

**Sposób i urządzenie do mieszania cieczy lub wytwarzania emulsji
o regulowanym stopniu dyspersji metodą ciągłą**

1

Przedmiotem wynalazku jest ciągły sposób mieszania cieczy lub wytwarzania emulsji cieczy nie mieszających się, umożliwiające mieszanie cieczy z regulowaną intensywnością względnie wytwarzanie emulsji o regulowanym stopniu dyspersji, oraz urządzenie do stosowania tego sposobu.

Sposób i urządzenie będące przedmiotem wynalazku mogą w szczególności znaleźć zastosowanie do łączenia reagentów w ciągłych procesach chemicznych, w których wymagana jest określona techniczna szybkość reakcji, uwarunkowana w przypadku układów jednofazowych intensywnością zmieszania, a w przypadku układów wielofazowych wielkością rozwiniętej powierzchni międzyfazowej zależnej od stopnia dyspersji fazy rozproszonej.

Istnieje obecnie kilka podstawowych sposobów ciągłego mieszania lub emulgowania cieczy, znajdujących zastosowanie między innymi w procesach chemicznych. Najprostszym sposobem jest wstępne połączenie strumieni cieczy polegających zmieszaniu i spowodowanie silnej burzliwości ruchu połączonego strumienia. Wstępne łączenie strumieni cieczy realizuje się przez doprowadzenie przewodu jednej z cieczy do przewodu drugiej cieczy, niekiedy za pośrednictwem urządzeń strumieniowych (injektorowych). Właściwe mieszanie względnie emulgowanie zachodzi w odcinku wspólnego przewodu, wyposażonego najczęściej w dodatkowe środki zwiększające burzliwość przepływu. Mieszanie

2

wymienionym sposobem jest mało intensywne i nierównomierne. W przypadku emulgowania otrzymuje się emulsję o niskim i nierównomiernym stopniu dyspersji, trudnym do regulacji nawet w wąskich granicach.

Silniejsze zemulgowanie i pewną poprawę równomierności stopnia dyspersji można uzyskać przez zdławienie i gwałtowne rozprężenie wstępnie zmieszanego strumienia przy pomocy dysz homogenizujących, jednakże równomierność ta jest nadal mała, a możliwości regulacji stopnia dyspersji są również minimalne.

Często spotykanym sposobem jest mieszanie mechaniczne przepływającego strumienia połączonych wstępnie cieczy, realizowane w zbiornikach przepływowych lub innych urządzeniach wyposażonych w obrotowe elementy mieszające. Do sposobu tego można również zaliczyć mieszanie cieczy przy przepływie przez pompy wirowe, separatory itp. Wskutek dużych różnic czasu przebywania poszczególnych cząstek cieczy w mieszalniku, sposób ten nie pozwala również na intensywne a przy tym równomierne mieszanie i emulgowanie i nie daje możliwości regulacji stopnia dyspersji.

Zastosowanie jako mieszalników młynów koloidalnych pozwala na uzyskiwanie emulsji o znacznie bardziej wyrównanym stopniu dyspersji, jednakże tylko w zakresie emulsji bardzo drobnych. Regulacja stopnia dyspersji jest możliwa tylko w wąskim zakresie, w zasadzie poniżej 0,001 mm.

Tak subtelne zemulgowanie stosuje się na ogół jedynie w przypadku produktu końcowego. Jako operacja przejściowa w procesach chemicznych jest ono nieekonomiczne a często niewskazane ze względu na trudność rozdzielania produktów reakcji. Ponadto młyny koloidalne nie mogą być stosowane w przypadku silnej egzotermiczności reakcji i w przypadku silnego oddziaływania korozyjnego środowiska reakcyjnego.

Stosowane ostatnio sposoby ciągłego mieszania i emulgowania cieczy przy wykorzystaniu energii drgań ultraakustycznych wzbudzanych w przepływającym, wstępnie zmieszany strumieniu, nie pozwalają na płynną regulację stopnia dyspersji ze względu na silne ekstrema działania niektórych częstotliwości fali ultradźwiękowej.

Prowadzone są również prace nad sposobami emulgowania opartymi na zjawisku ekspansji strumienia cieczy dyspergowanej przy wtryskiwaniu go do przepływającego strumienia cieczy dyspergującej w postaci cienkich strumyczków o wielkiej prędkości za pośrednictwem różnie usytuowanych i rozmaitej konstrukcji dysz. Sposoby te jednak nie pozwalają jak dotąd na osiągnięcie większego i równomiernego stopnia dyspersji, ani na regulację stopnia dyspersji w szerszych granicach przy zachowaniu stałego stosunku zmieszania wymaganego przez proces.

Wszystkie wymienione sposoby, oprócz ostatniego, wymagają wstępnego połączenia strumieni cieczy, które mają być poddane mieszaniu względnie emulgowaniu. W przypadku substancji łatwo reagujących chemicznie jest to wysoce niekorzystne gdyż występujące miejscowo we wstępie zmieszany strumieniu nadmiary reagentów mogą prowadzić reakcję w niepożądanym kierunku lub wywoływać inne niewłaściwe efekty, np. miejscowe przegrzania.

Sposób stanowiący przedmiot wynalazku polega na łączeniu burzliwego strumienia cieczy dyspergującej, przyspieszonego lokalnie drogą zwężenia przekroju, ze strumieniem cieczy dyspergowanej w taki sposób, że ciecz dyspergowana zostaje doprowadzona do strumienia cieczy dyspergującej płynąc prostopadle lub prawie prostopadle i koncentrycznie do osi tego strumienia w postaci cienkiej warstwy o kształcie spłaszczonego pierścienia i o regulowanej grubości, przy czym grubość ta jest wielokrotnie mniejsza od szerokości wymienionego pierścienia. Przy takim sposobie dopływu cieczy dyspergowanej działają na nią duże siły tnące ze strony strumienia cieczy dyspergującej. Prowadzi to do silnego i równomiernego rozpraszania cieczy dyspergowanej w strumieniu cieczy dyspergującej. Regulację stopnia dyspersji uzyskuje się przez odpowiednią regulację grubości warstwy cieczy dyspergowanej dopływającej do strumienia cieczy dyspergującej, przy czym zmniejszenie wymienionej grubości prowadzi do uzyskania większego stopnia dyspersji i odwrotnie. Żadaną wydajność procesu i stosunek mieszania, uwarunkowane utrzymaniem odpowiednich szybkości masowych dopływu cieczy dyspergującej i dyspergowanej do strefy mieszania, uzyskuje się przez odpowiednią regulację dławienia strumieni obu cieczy

przed ich połączeniem. Po przeprowadzeniu zmieszania zmniejsza się prędkość zmieszanego strumienia przez stopniowe powiększenie jego przekroju.

Omówiony sposób nie posiada niedogodności związanych ze wstępnym łączeniem strumieni cieczy, ponieważ pełne mieszanie lub emulgowanie zachodzi w momencie łączenia strumieni. Zakres regulacji stopnia dyspersji zależy od właściwości fizykochemicznych mieszanych cieczy, stosunku zmieszania i szczegółowych wymiarów urządzenia emulgującego. Dla typowej emulsji woda olej zakres regulacji stopnia dyspersji, mierzonego przeciętną wielkością kropelek rozproszonej fazy wodnej może zawierać się w granicach 10^{-4} —1 mm.

W urządzeniu strumieniowym ze zbieżną dyszą dolotową i rozbieżną dyszą odlotową, których osie leżą na wspólnej prostej, według wynalazku wewnętrzne czołowe ścianki dysz, leżące blisko i naprzeciw siebie są na dużym obszarze w pobliżu otworów dysz płaskie i prostopadłe do osi tych otworów. Urządzenie wyposażone jest również w mechanizm nastawczy, uniemożliwiający poosiowe przesuwanie dyszy odlotowej powodujące zmianę szerokości szczeliny pierścieniowej pomiędzy wymienionymi czołowymi ściankami oraz w zawory regulacyjne, umożliwiające regulację dopływu cieczy dyspergującej i dyspergowanej.

Urządzenie stanowiące przedmiot wynalazku umożliwia prowadzenie w szerokim zakresie ręcznej lub automatycznej regulacji stopnia mieszania lub dyspersji bez przerywania procesu i bez konieczności zmiany wydajności i stosunku mieszania. Umożliwia także stosowanie sposobu w przypadku silnego działania korozyjnego cieczy i dużego efektu termicznego reakcji zachodzących przy mieszaniu.

Urządzenie do stosowania sposobu stanowiącego przedmiot wynalazku i stanowiące również przedmiot wynalazku jest przedstawione w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat ogólny urządzenia wraz z elementami układu regulacyjnego, a fig. 2 przedstawia przekrój poglądowy przez fragment urządzenia, w którym zachodzi łączenie strumieni cieczy dyspergującej i dyspergowanej.

Urządzenie składa się z cylindrycznego korpusu 1 o stopniowym przekroju, poszerzonego w tylnej części, połączonego w przedniej części z króćcem dopływowym cieczy dyspergującej 2 i króćcem dopływowym cieczy dyspergowanej 3 a w tylnej części z króćcem odpływowym 4, nieruchomej zbieżnej dyszy dolotowej 5, ruchomej rozbieżnej dyszy odlotowej 6 o stopniowej średnicy zewnętrznej zwężonej w przedniej części, mechanizmu nastawczego 7, cylindrycznego perforowanego łącznika wyrównawczego 8, łączącego dyszę odlotową z mechanizmem nastawczym, przewodu dopływowego cieczy dyspergującej 9 z przepływomierzem cieczy dyspergującej 10 i zaworem regulacyjnym cieczy dyspergującej 11, przewodu dopływowego cieczy dyspergowanej 12 z przepływomierzem cieczy dyspergowanej 13 i zaworem regulacyjnym cieczy dyspergowanej 14, oraz przewodu odpływowego cieczy zmieszanej 15. Osie otworów dyszy

dolotowej i odlotowej leżą na wspólnej prostej, a wewnętrzne czołowe ścianki dysz leżące blisko i naprzeciw siebie są na dużym obszarze w pobliżu otworów dysz płaskie i prostopadłe do osi otworów. Między wymienionymi czołowymi ściankami dysz istnieje szczelina 16 o przekroju pierścieniowym, zwana dalej szczeliną pierścieniową, której szerokość może być zmieniana przez poosiowe przesuwanie ruchomej dyszy odlotowej za pomocą mechanizmu nastawczego. Szerokość szczeliny pierścieniowej może być odczytywana na nieznaczonym na schemacie wskaźniku, znajdującym się na zewnątrz urządzenia i połączonym odpowiednio z mechanizmem nastawczym. Szczelina pierścieniowa łączy otwór wylotowy dyszy dolotowej z otworem wlotowym dyszy odlotowej. Króciec dopływowy cieczy dyspergującej łączy się bezpośrednio z otworem wlotowym dyszy dolotowej. Króciec dopływowy cieczy dyspergowanej łączy się ze szczeliną pierścieniową za pośrednictwem cylindrycznej komory dopływowej 17, utworzonej pomiędzy zewnętrzną cylindryczną ścianką boczną przedniej zwężonej części dyszy odlotowej a wewnętrzną cylindryczną ścianką przedniej części korpusu. Króciec odpływowy łączy się z otworem wylotowym dyszy odlotowej za pośrednictwem wewnętrznej przestrzeni łącznika wyrównawczego i łączącej się z tą przestrzenią, poprzez otwory w bocznej ścianie wymienionego łącznika, komory odpływowej 18, utworzonej pomiędzy zewnętrzną cylindryczną ścianką boczną łącznika wyrównawczego i przednią częścią mechanizmu nastawczego a wewnętrzną cylindryczną ścianką tylnej rozszerzonej części korpusu. Mechanizm nastawczy może być uruchamiany ręcznie lub automatycznie, odpowiednio do sygnału przekazywanego przez aparaturę kontrolno-pomiarową 19, czuwającą nad prawidłowym przebiegiem procesu, usytuowaną za reaktorem 20. Zawór regulacyjny cieczy dyspergowanej może być sterowany ręcznie lub automatycznie za pośrednictwem regulatora przepływu cieczy dyspergowanej 21, połączanego z przepływomierzem cieczy dyspergowanej. Zawór regulacyjny cieczy dyspergującej może być sterowany ręcznie lub automatycznie za pośrednictwem regulatora przepływu cieczy dyspergującej 22, połączanego z przepływomierzem cieczy dyspergującej. Przepływ cieczy dyspergującej przez urządzenie powodowany jest działaniem pompy lub innego urządzenia. Dopływ cieczy dyspergowanej może być w szerokim zakresie powodowany działaniem ssącym utworzonego przez zestaw dysz układu inżektorowego.

Ciecz dyspergująca płynie przez przewód dopływowy 9, zawór regulacyjny 11, przepływomierz 10, króciec dopływowy 2 i dyszę dolotową 5, w której, na skutek zmniejszenia przekroju strumienia, nabiera znacznej prędkości liniowej. Wypływający z otworu wylotowego dyszy dolotowej zwężony szybki strumień cieczy dyspergującej przepływa pod działaniem bezwładności środkową część szczeliny pierścieniowej 16 bez wyraźnej zmiany swego przekroju i trafia w leżący naprzeciw otwór wlotowy dyszy odlotowej 6. Równocześnie ciecz dyspergowana płynie przez przewód dopływowy 12, zawór regulacyjny 14, przepływomierz 13, króciec dopły-

wowy 3, komorę dopływową 17 i obwodową część szczeliny pierścieniowej, kierując się koncentrycznie do środkowej części tej szczeliny. Przy koncentrycznym przepływie przez szczelinę pierścieniową wytworzona cienka warstwa cieczy dyspergowanej powiększa znacznie swoją prędkość liniową na skutek zmniejszenia poprzecznego przekroju strumienia, a następnie łączy się z poprzecznie przepływającym strumieniem cieczy dyspergującej. Przy łączeniu się obu strumieni występują w strumieniu cieczy dyspergującej duże siły tnące, które powodują silne rozproszenie cieczy dyspergowanej w cieczy dyspergującej. Przy ustalonych szybkościach masowych przepływu obu cieczy, stopień dyspersji jest tym większy im cieńszą warstwą i z większą prędkością liniową dopływu cieczy dyspergowanej do strumienia cieczy dyspergującej, a więc im węższa jest szczelina pierścieniowa. Żądany stopień dyspersji można uzyskać regulując odpowiednio szerokość szczeliny pierścieniowej przez poosiowe przesuwanie dyszy odlotowej za pomocą mechanizmu nastawczego 7. Żadaną wydajność i stosunek mieszania można uzyskać przez odpowiednią regulację położenia zaworów regulacyjnych 11 i 14, w oparciu o wskazania przepływomierzy 10 i 13. W przypadku konieczności zmiany stopnia dyspersji przy zachowaniu stałej wydajności i stopnia mieszania, należy równocześnie z regulacją szerokości szczeliny pierścieniowej przeprowadzać regulację położenia obu wymienionych zaworów regulacyjnych, ponieważ zmiana szerokości szczeliny pierścieniowej zmienia warunki przepływu obu cieczy. Ciecz mieszana płynie przez dyszę odlotową, w której, na skutek zwiększania przekroju strumienia, następuje spadek jego prędkości liniowej, do łącznika wyrównawczego 8 skąd przez otwór w ściankach bocznych przedostaje się do komory odpływowej 18, z której odpływa przez króciec odpływowy 4 do przewodu odpływowego 15. Przy wypływie z łącznika wyrównawczego do komory odpływowej zachodzi wyrównanie prędkości liniowej w przekroju poprzecznym strumienia, które może być konieczne dla prawidłowego przebiegu dalszych procesów.

Samoczynne utrzymywanie odpowiedniego stopnia dyspersji przy zachowaniu pożądanej stałej wydajności i stosunku mieszania może być zrealizowane drogą sterowania mechanizmu nastawczego przez odpowiednią aparaturę kontrolno-pomiarową 19, umieszczoną za reaktorem 20 i równoczesne sterowanie zaworów regulacyjnych obu cieczy przez regulatory przepływu 21 i 22, nastawione uprzednio na żądane wielkości szybkości masowej przepływu.

Przykład. W procesie ciągłego rozszczepiania sopsotków zachodzi konieczność dokładnego wymieszania wodnego roztworu mydeł sodowych wyższych kwasów tłuszczowych, ogrzanego do temperatury około 90°C, ze stężonym technicznym kwasem siarkowym, w celu przeprowadzenia reakcji wymiany i odzyskania tą drogą kwasów tłuszczowych. Reakcja winna przebiegać w krótkim czasie przepływu przez reaktor i prowadzić do całkowitego rozkładu sopsotków. Nadmiar kwasu siarkowego musi być ograniczony do minimum ze względu na straty produkcyjne, silną egzotermiczność reakcji rozpuszczania się kwasu siarkowego w wo-

dzie i niszczące działanie gorących roztworów o pH mniejszym od 2 na materiał konstrukcyjny separatora kwasów tłuszczowych. Powoduje to konieczność silnego zdyspergowania kwasu siarkowego w roztworze mydeł dla wytwarzania odpowiednio dużej powierzchni reakcji. Do zmieszania zastosowano sposób i urządzenie będące przedmiotem wynalazku.

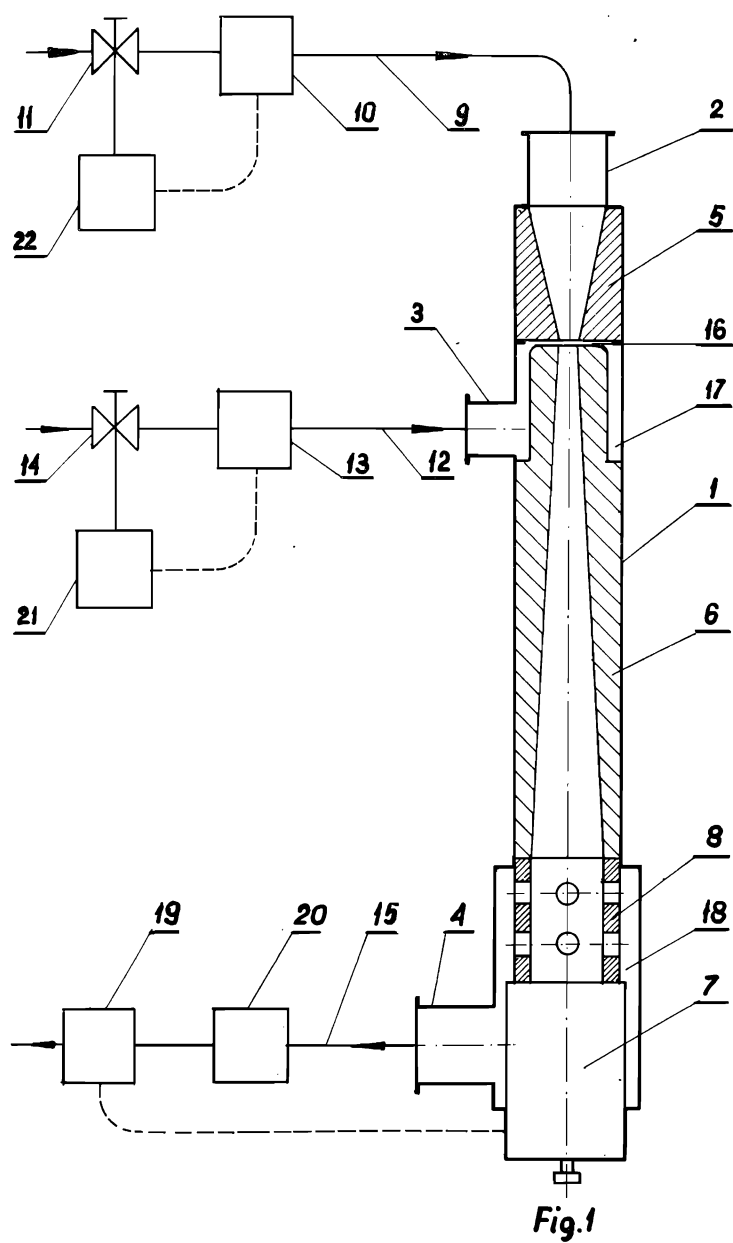
Strumień wodnego 10%-owego roztworu mydeł o zmiennej temperaturze 70—90°C, zależnej od przebiegu poprzedzających procesów, szybkości masowej 1000 kg/godz. i średnicy przekroju 21,2 mm zwężono stopniowo do średnicy 5 mm, zwiększając odpowiednio jego prędkość liniową. W miejscu przewężenia doprowadzono do wymienionego strumienia strumień technicznego stężonego kwasu siarkowego o temperaturze 15°C i szybkości masowej 16 kg/godz. Kwas siarkowy dopływał prostopadle i koncentrycznie do osi strumienia roztworu mydeł warstwą o postaci spłaszczonego pierścienia i grubości 0,7 mm, ulegał rozproszeniu w roztworze mydeł przy stopniu dyspersji rzędu 0,05 mm i wchodził w reakcję chemiczną z cząsteczkami mydeł. Strumień mieszaniny reakcyjnej rozszerzono stopniowo do średnicy początkowej 21,2 mm po czym przepuszczano przez reaktor rurowy i separator, na którym oddzielano otrzymane w wyniku reakcji kwasy tłuszczowe od ługu poreakcyjnego, zawierającego głównie wodny roztwór siarczanu sodu i niewielką domieszkę nadmiarowego kwasu siarkowego. W czasie prowadzenia reakcji kontrolowano w ługu poreakcyjnym pH i zawartość nie rozłożonych mydeł. pH ługu utrzymywało się na stałym założonym poziomie 2,0—2,5 wynikającym z wielkości stosowanego nadmiaru kwasu siarkowego, natomiast zawartość mydeł była zmienna, wahając się w granicach 0—1,5%, zależnie od zmiennej temperatury początkowej roztworu mydeł poddawanych rozszczepianiu. Wskazywało to na niepełny przebieg reakcji w przypadku niższej temperatury. Rozpoczęto regulację stopnia dyspersji kwasu siarkowego

w zależności od temperatury początkowej roztworu mydeł, zmniejszając, przy spadku temperatury tego roztworu do 70°C, grubość warstwy doprowadzanego kwasu siarkowego do 0,4 mm. Szybkości masowe dopływu roztworu mydeł i kwasu siarkowego utrzymywano przy tym na stałym poziomie. Stwierdzono, że w czasie prowadzenia regulacji zawartość nie rozłożonych mydeł w ługu poreakcyjnym była bliska zera, co odpowiadało pełnemu rozszczepieniu sopsotków.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób mieszania cieczy lub wytwarzania emulsji o regulowanym stopniu dyspersji metodą ciągłą przez łączenie burzliwego strumienia cieczy dyspergującej, przyspieszonego lokalnie drogą zwężania przekroju, ze strumieniem cieczy dyspergowanej, **znamienny tym**, że ciecz dyspergowaną doprowadza się do strumienia cieczy dyspergującej prostopadle lub prawie prostopadle i koncentrycznie w postaci cienkiej warstwy o kształcie spłaszczonego pierścienia i o regulowanej grubości, wielokrotnie mniejszej od szerokości wymienionego pierścienia, a regulację stopnia dyspersji przeprowadza się regulując odpowiednio grubość wymienionej warstwy.

2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, typu strumieniowego, posiadające zbieżną dyszę dolotową i rozbieżną dyszę odlotową, których osie leżą na jednej prostej, **znamiennie tym**, że wewnętrzne czołowe ścianki dyszy dolotowej i odlotowej, usytuowane naprzeciw siebie, są na obszarze otaczającym otwory dysz płaskie i prostopadle do osi tych otworów, że posiada mechanizm nastawczy umożliwiający poosiowe przesuwanie dyszy odlotowej, powodujące zmianę szerokości szczeliny pierścieniowej pomiędzy wymienionymi czołowymi ściankami dysz, i że posiada zawory regulacyjne umożliwiające regulację dopływu cieczy dyspergującej i dyspergowanej.



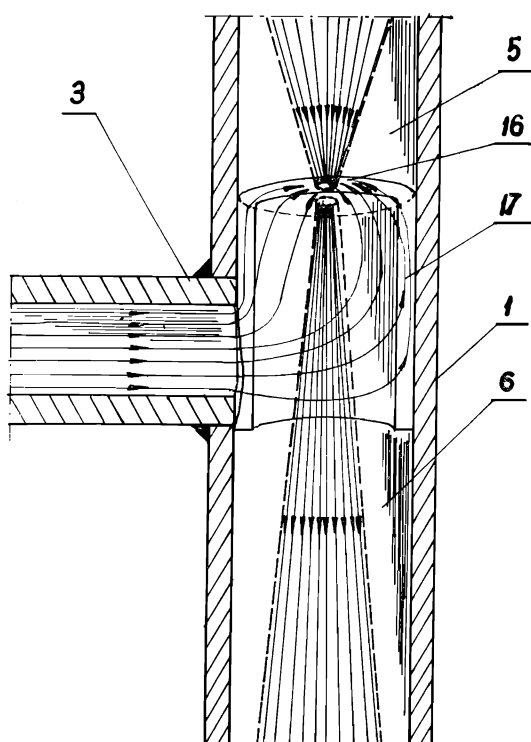


Fig.2