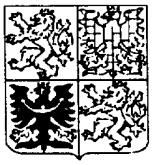
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:
282 686

(19)
ČESKÁ REPUBLIKA



ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **4361-90**
(22) Přihlášeno: **07. 09. 90**
(30) Právo přednosti:
07. 09. 89 CH 89/3252
(40) Zveřejněno: **11. 06. 97**
(Věstník č. 6/97)
(47) Uděleno: **03. 07. 97**
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **17. 09. 97**
(Věstník č. 9/97)

(13) Druh dokumentu: **B6**
(51) Int. Cl.[6]:
C 07 D 251/28

(73) Majitel patentu:
LONZA AG, Gampel/Walis (Dir.:Basel), CH;

(72) Původce vynálezu:
Skaria Alexander dr., Stäfa, CH;

(74) Zástupce:
PATENTSERVIS Praha, Jívenská 1/1273, Praha 4, 14000;

(54) Název vynálezu:
Způsob zlepšení tekutosti pevného kyanurchloridu

(57) Anotace:
Desublimací nebo rozprašovací krystalizací získaný kyanurchlorid se pro zlepšení tekutosti podrobí v hnětači nebo mísiči při zahřívání na teplotu 20 až 146 °C namáhání smykem a následně se ochladí na teplotu místnosti.

CZ 282 686 B6

Způsob zlepšení tekutosti pevného kyanurchloridu

Předložený vynález se týká způsobu zlepšení tekutosti jemnozrnného pevného kyanurchloridu.

Kyanurchlorid je důležitý meziprodukt při výrobě barviv, optických zjasňovacích prostředků /opt. zjasňovadel/, prostředků k ochraně rostlin, farmaceutických látek jakož i pomocných prostředků, užívaných při výrobě textilu, papíru a plastických hmot.

Technicky se kyanurchlorid vyrábí trimerizací chlorkyanu v plynné fázi. Plynný kyanurchlorid, vznikající při trimerizaci, se buď přímo desublimuje do studeného proudu inertního plynu, nebo se nejprve zkapalní a pak krystalizuje rozprašováním. Přitom nabývá formy velmi jemnozrnného prachu. Je známo. že tento prach, získaný desublimací, má jen nedostatečnou tekutost.

Tato špatná tekutost vede k obtížím při skladování, transportu, dávkování a dalším zpracování produktu. Při skladování dochází k tvorbě hrud a můstků, které ztěžují odběr ze zásobníků, a při transportu potrubím dochází snadno k jeho ucpání. Dávkování a například rozpouštění v rozpouštědlech při dalším zpracování brání nepravidelným tečením materiálu.

Je proto nezbytné a obvyklé provádět opatření ke zlepšení tekutosti kyanurchloridu. K tomuto účelu se dosud přidávala k produktu vysoce disperzní kyselina křemičitá, která je např. známá pod označením Aerosil^{R} a je také u mnohých jiných látek nasazován jako pomocný prostředek ke ztekucení. Tato látka je sice úplně inertní, je však pro jistá použití nežádoucí ke kyanurchloridu přimíchat cizí látky.

Předložený vynález si klade za úkol vypracovat způsob, který dovolí bez velkých technických nákladů, zejména ale bez rušivých přísad, zlepšit tekutost jemně zrnitého kyanurchloridového prachu při zachování jeho reaktivity.

Podle vynálezu je tato úloha vyřešena způsobem podle nároku 1.

S překvapením bylo nalezeno, že kyanurchloridový prach, který se míchá, popř. hněte, při zvýšené teplotě a působením dostatečně velkých střihových sil, mění rozložení velikosti zrn a zejména se značně zlepšují jeho vlastnosti tečení. Takový postup, který může vést k zvětšení částic, je sám o sobě znám, tak např. je popsán C. E. Capes/em/ v Kirk Othmer's Encyklopedia of Chemical Technology, 3. vyd., díl 21, str. 77 ff až 87 f, použití mísičů různých konstrukcí k aglomeraci jemnozrnných materiálů. U těchto známých použití je ale potřebná přítomnost kapalné fáze buď ve formě rozprašovaného pojiva, nebo ve formě samotného vlhkého aglomerujícího materiálu, k získání pevných aglomerátů, které se při mechanickém zatížení opět hned nerozpadnou.

Způsob podle vynálezu vychází naproti tomu úplně bez přísady kapaliny nebo pojiva a přesto vede k zrnění kyanurchloridu, odolnému vůči tlaku.

Kyanurchlorid se recirkuluje podle vynálezu buď přímo po odběru z desublimační komory, popř. rozprašovací krystalizační komory, nebo po meziuskladnění, v hnětači nebo mísiči při teplotě účelně 20 až 146 °C, přednostně 60 až 120 °C. Hnětací popř. mísicí zařízení je přednostně vytápěno, obzvlášť výhodně jsou vytápěny mísiče s rotujícím mísicím zařízením, jako např. mísič s pluhovou radlicí, mísič s vodicí lopatkou nebo pádlový mísič. Teplo se může přivádět nejen vnějším vytápěním, např. formou vyhřívacího pláště, kterým probíhá běžné teplonosné médium, nebo obsahuje elektrické topné články, ale i příslušně vytvořeným hnětacím popř. mísicím zařízením, nebo kombinací obou metod. Je také možné přivádět teplo zcela nebo částečně vháněním ohřátého inertního plynu do hnětače popř. mísiče, kde působí na obsažený kyanurchlorid. V tomto případě budou odplyny, které zákonitě obsahují malá množství odpo-

řeného kyanurchloridu, přednostně recirkulovány do desublimační komory, aby úbytek látky byl pokud možno nepatrný. Zvlášť rychlého a účinného přivádění tepla může být dosaženo kombinací metod.

Doba zpracování je přednostně mezi 10 minutami a 10 hodinami a závisí na teplotě, intenzitě míchacího procesu a požadované zrnitosti.

Za podmínek zvolených v příkladech provedení se ukázala doba zpracování 1 až 2 hodiny jako zvlášť výhodná.

Pro dosaženou strukturu zrn vedle termického působení hrají roli v první řadě vyskytující se střihové síly. Počet otáček hnětacích popř. mísicích prvků se volí proto účelně tak, že z rychlosti otáček a rozměrů smykové štěrbiny vyplývá postačující smykové namáhání zpracovaného materiálu. Rychlost otáček hnětacích a mísicích prvků je přednostně mezi 0,1 a 10 m/s, zvlášť výhodný je rozsah mezi 2 a 5 m/s.

Po zpracování se kyanurchlorid ochladí výhodně asi na 10 až 50 °C, přednostně na 20 až 30 °C, tedy přibližně na teplotu místnosti. Ochlazení se může provádět ve stejném zařízení, v němž se provádělo mechanické zpracování, je ale také možné provádět chlazení ve zvláštním mísiči stejné nebo odchylné konstrukce. Jelikož přitom musí být zaručen pouze dostatečný přestup tepla, jsou k tomuto účelu použitelná zařízení, ve kterých není podrobován plněný materiál žádnému podstatnému smykovému namáhání, jako např. bubnový mísič nebo mísič s volným pádem materiálu. Odvod tepla může probíhat stejným způsobem jako přívod tepla stěnami a/nebo mísicími prvky, je však také možné dosáhnout přímého chlazení přiváděním chladného nebo kondenzovaného plynu, jako např. vzduchu nebo dusíku v kapalném nebo plynném stavu, nebo zkapalněného oxidu uhličitého.

Po ochlazení se kyanurchlorid známým způsobem vyjme a může být pak zabalen nebo uskladněn. Jestliže je to požadováno, může se dalšího zlepšení tekutosti dosáhnout mísením se známým pomocným prostředkem, jako je např. shora zmíněný Aerosil^{R}.

Následující příklady ozřejmují průběh způsobu podle vynálezu.

Příklady

Příklady 1 až 3 byly prováděny s desublimovaným kyanurchloridem. Tekutost byla určena vždy Jenike-ovým smykovým testem. Jako míra pro tekutost se sledoval právě poměr zpevněného pnutí δ_1 k pevnosti sypkého materiálu f_c. Tento poměr se označuje jako Jenike-ova funkce tekutosti FF_c ($FF_c=\delta_1/f_c$). Neupravený kyanurchlorid vykazuje typicky následující hodnoty:
bez ztekucovací přísady: FF_c=1,8-2,0
se ztekucovací přísadou: FF_c=4,0-6,0

Příklad 1

Ve vytápěném hnětači o kapacitě 2 l byl hněten 1 kg kyanurchloridu o střední velikosti zrna 11 μm při 100 °C a 40 otáčkách/min /obvodová rychlost = 0,12 m/s/. Již po hodině stoupla střední velikost částic na 15 μm a hodnota FF_c na 14. Dalším zpracováním střední velikost části stále přibývala a po 6 hodinách dosáhla hodnoty 40 μm.

Příklad 2

Ve vytápěném mísiči s pluhovou radlicí bylo míchání 25 kg kyanurchloridu při teplotě 85 °C a oběžné rychlosti míchacích prvků 2,5 m/s. Střední velikost zrn dosáhla z výchozí hodnoty 11 μm po 1 hodině 15 μm a po 2 hodinách 25 μm. Tekutost se již po hodině značně zlepšila tak, že po přídavku ztekucovacího prostředku mohla být změřena hodnota FF_c 21.

Příklad 3

Postupovalo se jako v příkladu 2, ale při teplotě míchaného materiálu 95 °C a oběžné rychlosti 3,14 m/s. Střední velikost částic stoupla z 11 μm na 18 μm /po 1 hodině/, popř. na 25 μm /po 2 hodinách/. Hodnota FF_c činila po hodině 5,5 /bez přísady ztekucovadla/, popř. 9,7 /s přísadou ztekucovadla/.

Příklad 4

Postup identický jako v příkladě 2 s tím rozdílem, že teplota míchaného materiálu byla 20 °C a oběžná rychlost míchacích prvků 10 m/s. Střední velikost zrn stoupla z 11 μm na 15 μm (po 10 hodinách). Hodnota FF_c činila po zpracování 4,5 (bez přídavku ztekucovacího prostředku).

Příklad 5

Postup identický jako v příkladě 2 s tím rozdílem, že teplota míchaného materiálu byla 146 °C a oběžná rychlost míchacích prvků 1 m/s. Střední velikost zrn stoupla z 11 μm na 20 μm (po 10 minutách). Hodnota FF_c činila po zpracování 5 (bez přídavku ztekucovacího prostředku).

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob zlepšení tekutosti pevného kyanurchloridu, **vyznačující se tím**, že se kyanurchloridový prach aglomeruje vlivem smyku v mísiči nebo hnětači při teplotě 20 až 146 °C a produkt se následně ochladí na teplotu místnosti.

2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se aglomerace provádí při teplotě 60 až 120 °C.

3. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se produkt ochlazuje nepřímo přes mísicí prvky a/nebo stěny.

4. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se produkt ochlazuje přímo přiváděním inertního chladicího média.

5. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že teplo, potřebné k dosažení teploty mísení, se přivádí přes míchací prvky a/nebo stěny.

6. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že teplo, potřebné k dosažení teploty mísení, se přivádí vpuštěním horkého inertního plynu ke zpracovávanému kyanurchloridovému prachu.

7. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že se použije oběhová rychlost hnětacích nebo mísicích prvků 0,1 až 10 m/s.

8. Způsob podle nároku 7, **vyznačující se tím**, že se použije oběhová rychlost hnětacích nebo mísicích prvků 2 až 5 m/s.

9. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že se zpracovávaný kyanurchlorid míchá po dobu 10 minut až 10 hodin.

10. Způsob podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že se zpracovávaný kyanurchlorid míchá po dobu 1 až 2 hodin.

11. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 10, **vyznačující se tím**, že aglomerace částic probíhá ve vyhřívaném mísiči s pluhovou radlicí.

12. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 11, **vyznačující se tím**, že ke kyanurchloridu je dále přimísena vysoce disperzní kyselina křemičitá.

Konec dokumentu