

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49831

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.III.1962 (P 98 505)

Pierwszeństwo: 22.III.1961 Holandia

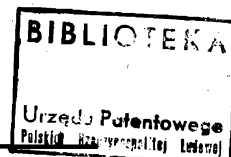
Opublikowano: 23.VII.1965

Kl. 12c, 1

MKP B 01 d 11/02

UKD

Właściciel patentu: UCB (Union Chimique-Chemische Bedrijwen) S.A.,
Bruksela (Belgia)



Sposób ciągłego rozpuszczania związków chemicznych oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ciągłego rozpuszczania związków chemicznych, zwłaszcza polimerów sztucznych lub syntetycznych, np. poliakrylonitrylu lub kopolimerów akrylonitrylu, służących jako surowiec do wytwarzania nici, włókien, płyt, błon, żywic, materiałów plastycznych, zapraw, lakierów, klejów, oraz urządzenie do stosowania tego sposobu.

Dotychczas rozpuszczania związków chemicznych dokonuje się w pionowych kadziach, wyposażonych w urządzenie do mieszania, działające na całość masy znajdującej się w kadzi. Ten sposób rozpuszczania wykazuje niedogodność polegającą na tworzeniu klejących się grudek rozpuszczanego związku chemicznego, do całkowitego rozpuszczenia których potrzeba było bardzo długiego okresu czasu.

W przemyśle włókien syntetycznych i sztucznych, w przypadku gdy na przykład chodzi o wytwarzanie roztworu poliakrylonitrylu w dwumetyloformamidzie, roztworu ksantogenianu celulozy w wodorotlenku sodowym albo także roztworu octanu celulozy w acetonie — rozpuszczanie odbywa się powoli. Gdy cząstka rozpuszczonej substancji stałej, na przykład poliakrylonitrylu, wchodzi w kontakt z rozpuszczalnikiem, na przykład dwumetyloformamidem, ten ostatni powoduje otoczenie ziarenka warstwą żelu, który utrudnia penetrację rozpuszczalnika do wewnątrz cząstki i powoduje zbijanie się ziarenek w grudki. Dlatego

2

też przy stosowaniu dotychczasowych sposobów rozpuszczania oraz urządzeń używanych przy tych sposobach potrzeba wielu godzin, a często nawet dni, aby rozpuszczalnik dokładnie rozpuścił powstałe grudki i aby uzyskać można było roztwór nadający się w pełni do przedzenia.

Niedogodność tę próbowano usunąć przez przedłużenie czasu rozpuszczania, stwierdzono jednak, że takie długotrwałe rozpuszczanie wywołuje często zmiany rozpuszczanej substancji, np. zmiany zabarwienia, które są niepożądane, zwłaszcza przy wytwarzaniu produktów, które winny być bezbarwne.

Sposób według wynalazku rozwiązuje ten trudny problem rozpuszczania, zapewniając całkowitą fizyczną homogenizację substancji stałej z rozpuszczalnikiem, zanim ten ostatni zacznie działać rozpuszczająco.

Przy sposobie według wynalazku uzyskuje się całkowitą fizyczną dyspersję substancji stałej w cieczy, zanim ta ciecz zacznie wytwarzać galaretowatą powłokę, otaczającą cząstkę rozpuszczanej substancji. Jeżeli zatem rozpuszczalnik wytwarza wspomnianą klejącą się błonkę na każdym ziarenku rozpuszczanej substancji, to stosowane według wynalazku mieszanie powoduje usuwanie tej galaretowatej błonki w miarę jej powstawania na skutek działania sił ścinających tarcia, zachodzącego między rozpuszczaną substancją stałą a rozpuszczalnikiem. Następuje więc stałe odna-

wianie powierzchni substancji stałej i dlatego rozpuszczalnik szybciej dostaje się do wnętrza cząstki, powodując jej całkowite rozpuszczenie bez tworzenia się grudek, powstających przy dotychczasowych sposobach rozpuszczania.

Znane dotychczas urządzenia stosowane do rozpuszczania związków chemicznych mają znaczne wymiary i tym samym wymagają dużego pomieszczenia. Te duże wymiary kadzi, w których odbywa się rozpuszczanie, są konieczne, ponieważ działania znanych urządzeń było oparte na wytworzeniu bezpośredniego kontaktu bardzo dużej ilości rozpuszczalnika z dużą ilością substancji rozpuszczanej.

W przeciwieństwie do dotychczas znanych urządzeń do rozpuszczania substancji stałych, urządzenie do rozpuszczania według wynalazku ma bardzo małe wymiary, gdyż według wynalazku unika się wprowadzenia w bezpośredni kontakt dużej ilości rozpuszczalnika z dużą ilością rozpuszczanej substancji. W urządzeniu według wynalazku czysty rozpuszczalnik wprowadza się do kadzi w postaci strumienia spływającego wzdłuż ścianki tej kadzi, natomiast rozpuszczaną substancję stałą wprowadza się do środka kadzi na powierzchnię mieszanej mieszaniny, czyli substancję stałą wprowadza się do miejsca, gdzie jest najmniej rozpuszczalnika. W miejscu tym mieszanina stanowi więc bardzo gęstą zawiesinę substancji stałej w rozpuszczalniku. Należy przy tym zaznaczyć, że strumień świeżego rozpuszczalnika, spływający wzdłuż wewnętrznej powierzchni kadzi, zabiera ze sobą cząstki substancji stałej, które mogłyby się tam ewentualnie znajdować wyrzucone przez mieszadło, dzięki czemu wewnętrzna ścianka kadzi pozostaje stale czysta.

Urządzenie do rozpuszczania według wynalazku składa się z trzech cylindrycznych kadzi pionowych, z których kadź wewnętrzna jest zaopatrzona w płaszcz, służący do ogrzewania lub oziębiania do pożądanej temperatury reagujących ze sobą substancji. Wewnątrz tej wewnętrznej kadzi o podwójnych ściankach umieszczony jest wał obrotowy, mający na swym górnym końcu poziome śmigło o dającej się regulować wysokości, w celu umożliwienia odpowiedniego jego zanurzenia w mieszaninie ciekłego rozpuszczalnika i substancji przeznaczonej do rozpuszczania. Wysokość umieszczenia tego mieszadła ma zasadnicze znaczenie dla dobrego funkcjonowania urządzenia do rozpuszczania. Mieszadło to winno znajdować się jak najbliżej powierzchni cieczy aby substancja stała była jak najszybciej rozprowadzona w zawiesinie, zanim rozpuszczalnik rozpocznie swe działanie. Z tego powodu w urządzeniu według wynalazku przewidziana jest podwójna regulacja odległości śmigła do poziomu cieczy.

Wprowadzenie związku chemicznego i rozpuszczalnika ciekłego do kadzi odbywa się za pomocą urządzeń dawkujących (wagi i pompy).

Substancja przeznaczona do rozpuszczania i ewentualne dodatki, pigmenty, barwniki, środki pomocnicze, plastyfikatory i tym podobne składniki wprowadza się u wierzchołka kadzi w ilościach dawkowanych.

Urządzenie według wynalazku jest uwidocznione na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schematycznie układ urządzenia do ciągłego rozpuszczania związków chemicznych, a fig. 2 — przekrój pionowy tego urządzenia w większej skali.

Rozpuszczalnik lub rozpuszczalniki ciekłe zawarte w zbiornikach 1 i 2 i przeznaczone do zmieszania ze związkami chemicznymi umieszczonymi w leju zsypowym 21 przepompowuje się i wprowadza za pomocą oddzielnych pomp 3 i 4 znanego typu przewodem 5 do urządzenia 6.

Urządzenie 6 składa się, jak już wspomniano, z trzech koncentrycznych pionowych kadzi 7, 8 i 9, z których kadź wewnętrzna 9 ma podwójne ścianki. Ciekły rozpuszczalnik lub rozpuszczalniki doprowadza się przewodem 5 do pierścieniowej przestrzeni 14, natomiast czynnik chłodzący lub ogrzewający, na przykład woda, powietrze lub gaz, jest doprowadzany przewodem 10 do płaszcza kadzi 9. Czynnik ogrzewający lub chłodzący wypełnia pierścieniową przestrzeń 23 płaszcza tej kadzi, działając chłodząco lub ogrzewająco na rozpuszczalnik lub rozpuszczalniki ciekłe doprowadzane do urządzenia 6, przewodem 5, oraz na mieszaninę rozpuszczalnika i substancji rozpuszczanej wypełniającą kadź 9 i wypływa siłą ciężkości na zewnątrz urządzenia 6 przewodem 11, umieszczonym w płaszczu kadzi wewnętrznej 9.

Rozpuszczalnik lub rozpuszczalniki ciekłe doprowadzone przewodem 5 do pierścieniowej przestrzeni 14 przelewają się z tej przestrzeni przez górną krawędź kadzi wewnętrznej 9 i omywają w sposób ciągły ścianę 12 tej kadzi.

Mieszadło składa się z pionowego wału obrotowego 15 oraz z umieszczonego na górnym końcu tego wału śmigła poziomego 16, którego wysokość jest regulowana za pomocą znanych elementów nie uwidocznionych na rysunku. Rozpuszczana substancja doprowadzana jest przez dolny koniec 22 leja zsypowego 21 do górnej części kadzi wewnętrznej 9.

Mieszanina rozpuszczalnika ciekłego i rozpuszczanej substancji spływa siłą ciężkości przez przełot znajdujący się blisko dna urządzenia i przedostaje się do kadzi pośredniej 8, skąd przez górną krawędź jej ścianki 18 przelewa się do kadzi zewnętrznej 7, z której jest odprowadzana na zewnątrz urządzenia 6 przewodem 20.

Wysokość kadzi pośredniej 8, warunkująca poziom mieszaniny w kadzi 9, można regulować za pomocą śruby 19.

W zależności od temperatury, do której został ogrzany lub ochłodzony zarówno rozpuszczalnik ciekły jak i mieszanina rozpuszczalnika i rozpuszczanej substancji, można uzyskać całkowite lub niecałkowite rozpuszczenie substancji przeznaczonej do rozpuszczania. Jeżeli rozpuszczanie jest niecałkowite wówczas mieszaninę odprowadza się za pomocą znanych sposobów do znanych urządzeń, w których mieszaninę tę ogrzewa się do odpowiedniej temperatury, w której w bardzo krótkim czasie następuje całkowite rozpuszczenie.

Ponieważ urządzenie według wynalazku pracuje w sposób ciągły i ma bardzo małe wymiary, tech-

nika procesu rozpuszczania jest bardzo uproszczona.

Przytoczone poniżej przykłady wyjaśniają wynalazek nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. Do wewnętrznej kadzi urządzenia, o pojemności 150 litrów, pokazanej na fig. 2, wprowadza się przez dolny koniec 22 leja zsykowego 21, na minutę 7 kg poliakrylonitrylu (lub kopolimeru akrylonitrylu z 6% akrylanu metylu) za pomocą automatycznej dawkującej wagi. Jednocześnie i w takim samym okresie czasu, 28 kg dwumetyloformamidu o temperaturze 15°C przelewa się przez górną krawędź kadzi 9 i omywa w sposób ciągły ściankę 12. Rozpuszczalnik dawkowany jest za pomocą pompy dawkującej, umieszczonej na zewnątrz urządzenia. Mieszaninę miesza się za pomocą śmigła poziomego 16 napędzanego silnikiem o mocy 3 KM, obracającego się z prędkością kątową 400 obr/min. Poziom zawieszony polimeru w kadzi wewnętrznej 9 i wysokość śmigła 16 nastawia się tak, aby śmigło to było stale zanurzone na wysokości poziomu powierzchni zawiesziny.

Po 4—5 minutach zawieszina polimeru przedostaje się do kadzi pośredniej 8, przelewa się przez górną krawędź jej ścianki 18 i wpływa następnie do zewnętrznej kadzi spustowej 7, skąd usuwana jest z szybkością 35 kg na minutę, poprzez przewód spustowy 20 w kierunku źródła ciepła, zależnie od dokonanego rozpuszczenia, które to źródło ciepła stanowi znane urządzenie w tej dziedzinie.

W ten sposób otrzymuje się w ciągu 30 minut roztwór przezroczysty, bezbarwny, odpowiadający najsurowszym wymaganiom, jeśli chodzi o przędzenie. Wydajność urządzenia wynosi 50 ton roztworu przedzalniczego na dzień.

Przykład II. Stosuje się urządzenie przedstawione na fig. 2, w którym pojemność kadzi wewnętrznej 9 wynosi około 6 litrów.

Za pomocą automatycznej wagi dawkującej wprowadza się przez dolny koniec 22 leja zsykowego 21, na minutę, 251 g octanu celulozy, bądź 120 kg w ciągu 8 godzin. Jednocześnie i w takim samym okresie czasu wprowadza się 944 g octanu, bądź 333 kg w ciągu 8 godzin, w sposób podany w przykładzie I.

Wydajność urządzenia w tym przypadku wynosi 1360 kg roztworu przedzalniczego na dzień.

Otrzymane roztwory przedzalnicze stanowią kondensaty stosunkowo stałe i słabo zdyspergowane w octanie celulozy. Unika się powstawania gęstego osadu, który występuje na dnie w mieszalnikach klasycznych i tym samym znacznie poprawia się jakość otrzymanego roztworu i łatwość do przesączania octanu celulozy.

Jako inne przykłady nie ograniczające wynalazku można wymienić rozpuszczanie eterów lub esterów celulozowych w sodzie kaustycznej dla przędzenia wiskozy pigmentowanej, rozpuszczanie ksantogenianu celulozy w sodzie kaustycznej do wytwarzania wiskozy oraz wytwarzania lakierów i klejów.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ciągłego rozpuszczania związków chemicznych stałych w rozpuszczalniku, a zwłaszcza polimerów sztucznych lub syntetycznych, **znamienny tym**, że do komory cylindrycznej, składającej się ze strefy górnej, w której odbywa się energiczne mieszanie w płaszczyźnie poziomej i ze strefy dolnej, w której zasadniczo mieszanie nie zachodzi, wprowadza się jednocześnie obwodowo w sposób ciągły i w ilościach ściśle dawkowanych rozpuszczalnik, a substancję stałą wprowadza się do części środkowej górnej strefy mieszania, przy czym substancję stałą i rozpuszczalnik miesza się w taki sposób, aby były shomogenizowane zanim związek stały zacznie się rozpuszczać w rozpuszczalniku, zaś mieszaninę końcową usuwa się z dolnej części komory cylindrycznej ze strefy, w której zasadniczo mieszanie nie zachodzi.
2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że zawiera trzy koncentryczne kadzie pionowe, a mianowicie kadź zewnętrzną (7) z przewodem spustowym (20) dla mieszaniny końcowej, kadź pośrednią (8) służącą do regulowania poziomu mieszaniny w kadzi wewnętrznej (9) oraz kadź wewnętrzną (9), w której zachodzi mieszanie, śrubę (19) do regulowania wysokości kadzi pośredniej (8), przy czym kadź wewnętrzna (9) ma płaszcz, którego wewnętrzna pierścieniowa przestrzeń (23) otaczająca do określonej wysokości tę kadź (9), służy do przepływu czynnika chłodzącego lub ogrzewającego, przestrzeń pierścieniową (14) łączącą się poprzez przelew z częścią górną kadzi wewnętrznej (9), w której umieszczone jest mieszadło, składające się z wału obrotowego (15) oraz z umieszczonego na jego górnym końcu śmigła poziomego (16) o regulowanej wysokości, celem stałego zanurzenia tego śmigła w miejscu leżącym jak najbliżej powierzchni mieszaniny znajdującej się w kadzi wewnętrznej (9), przewód wlotowy (5) dla rozpuszczalnika, przepływającego przez przestrzeń pierścieniową (14) oraz lej zsykowy (21, 22) do wprowadzania związku stałego do kadzi wewnętrznej (9).

Dokonano jednej poprawki

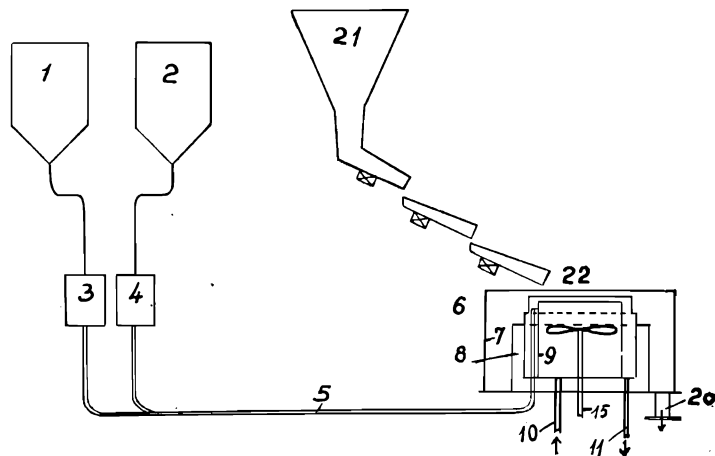


Fig. 1

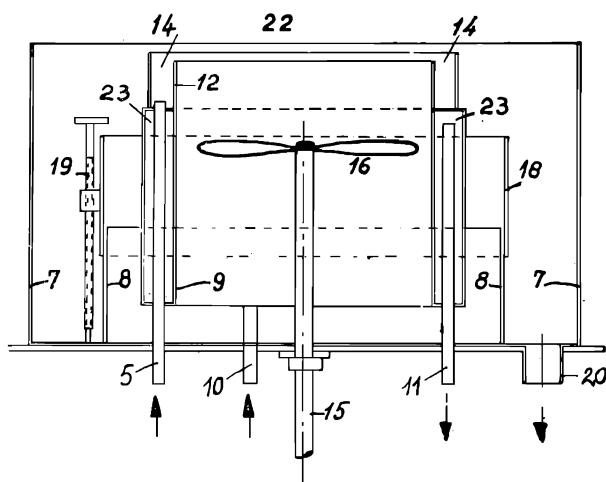


Fig. 2

BIBLI