

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 710 328 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
29.10.1997 Patentblatt 1997/44

(51) Int Cl.⁶: **F04B 15/02**, F04B 7/00,
F04B 9/10, F04B 1/02

(21) Anmeldenummer: **94924738.1**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP94/02267

(22) Anmeldetag: **11.07.1994**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 95/03491 (02.02.1995 Gazette 1995/06)

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM KONTINUIERLICHEN FÖRDERN SCHEREMPFLINDLICHER FLUIDE

CONTINUOUS CONVEYING PROCESS AND DEVICE FOR SHEAR-SENSITIVE FLUIDS

PROCEDE ET DISPOSITIF PERMETTANT D'ACHEMINER EN CONTINU DES FLUIDES
SENSIBLES AU CISAILLEMENT

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE ES FR GB IT SE

(30) Priorität: **23.07.1993 DE 4324777**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.05.1996 Patentblatt 1996/19

(73) Patentinhaber: **BAYER AG**
51368 Leverkusen (DE)

(72) Erfinder:

- **JÄHN, Peter**
D-51375 Leverkusen (DE)
- **SCHMID, Otto**
D-51379 Leverkusen (DE)
- **SCHMIDT, Adolf**
D-51061 Köln (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

GB-A- 2 142 095 **US-A- 5 066 199**
US-A- 5 094 596

EP 0 710 328 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide, insbesondere von Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen, eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens sowie eine neue Doppellanghubkolbenpumpe.

Es ist bekannt, daß Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen bei Scherbeanspruchung z.B. bei der Förderung leicht koagulieren können, d.h. aus den feindispersen Fluiden scheiden sich feste Massen (Koagulat) aus, welche Förderorgane und Rohrleitungen belegen oder verstopfen können. An Meßfühlern aller Art, die in den Latex tauchen oder mit Latex in Berührung kommen, kann sich dieses Koagulat ebenfalls absetzen und laufende Messungen verfälschen oder verhindern. Besonders Latices, welche aus Rücksicht auf die Produktqualität mit einem Minimum an Emulgator hergestellt werden müssen, neigen sehr leicht zur Koagulatbildung.

Bekannte Fördereinrichtungen sind Kreisel-, Membran- oder Kolbenpumpen, Kreiselpumpen bestehen aus Stator (Gehäuse) und Rotor (Lauftrad). Durch die hohe Drehzahl des Lauftrades wird das zu fördernde Produkt von der Rotormitte (Drehpunkt) radial beschleunigt und durch die entsprechenden Zentrifugalkräfte am äußeren Durchmesser des Lauftrades durch den Druckstutzen des Gehäuses gedrückt. In der Regel benötigen Kreiselpumpen eine Drehzahl von größer 500/Min. Bei kleinerer Drehzahl erfolgt mit diesem System keine Produktförderung mehr. Aufgrund der Konstruktionsmerkmale besitzen Kreiselpumpen große Totraumvolumina und sind nicht selbstansaugend.

Membran- und Kolbenpumpen sind Verdrängerpumpen, die bei niedrigeren Frequenzen arbeiten als Kreiselpumpen. Die niedrigste Frequenz liegt bei 30 Hüben/Min. Die Förderbewegung des Kolbens bzw. der Membran, die antriebsseitig auch durch einen Kolben bewegt wird, ist stoßartig, es kommt zu Pulsationen, so daß man bei der Kurzzeitbetrachtung nicht von einer kontinuierlichen Produktförderung bzw. -transport sprechen kann. Die Pulsation ist druckabhängig und wirkt sich auf die Förderkonstanz und Dosiergenauigkeit aus.

Langhubkolbenpumpen sind als Einhubkolbenpumpen bekannt, aber für das kontinuierliche Dosieren von kleinen Mengen ungeeignet und zu teuer. (Siehe Menges, Recker, Carl-Hanser-Verlag; München, Wien; 1986, Automatisieren in der Kunststoffverarbeitung S. 318-320).

Nachteilig bei diesen Fördergeräten ist, daß z.B. Kreiselpumpen nur bei hoher Drehzahl fördern und Druck aufbauen können. Durch die hohen Umfangsgeschwindigkeiten am Rotor werden an den Pumpenkopfspalten Produktteilchen sehr stark geschert, so daß eine Teilchenveränderung erfolgt. Durch ein hohes Totraumvolumen ist eine Kreiselpumpe zum Fördern von kleinen Produktmengen mit anschließender Probenahme ungeeignet. Es ist z.B. nicht möglich, eine reprä-

sentative Probenmenge von z.B. 10 ml aus einem Reaktor zu entnehmen und daraus auf Reaktionsverhältnisse im eigentlichen Reaktor zu schließen. Kolben- bzw. Membranpumpen arbeiten bei zu hohen Hubfrequenzen und haben aufgrund ihrer Konstruktionsmerkmale viele enge Spalten, in denen es zu Produkt- oder Teilchenschern kommt. Zusätzlich produktverändernd wirkt auch die nicht konstante Geschwindigkeit der Verdrängerelemente. Die ungleichmäßige Fördergeschwindigkeit verursacht an produktberührten Rohrleitungen bzw. Pumpenkopfteilen unterschiedliche Reibungskräfte, die im Mikroteilchenbereich Produktscherrung verursachen. Die Verweilzeit des Produkts im Pumpenkopf ist bei den bekannten Pumpenkonstruktionen nicht endlich bzw. nicht genau definiert, da alle Pumpenköpfe ein hohes Totraumvolumen besitzen. Es bleiben große Anteile eines Saughubvolumens lange Zeit im Pumpenkopf, mit jedem neuen Saughub erfolgt nur eine Teilvermischung mit altem Produkt, so daß Produktteilchen über lange Zeit einer Scherbeanspruchung unterworfen werden. Ein weiterer Nachteil ist, daß die Kolben- bzw. Membranpumpen keine zwangsgesteuerten Ventile (Kugelhähne) besitzen, die je nach Saug- oder Druckvorgang einen großen, freien Querschnitt öffnen. Weiter nachteilig wirkt sich das nicht Synchronlaufen von Saug- und Druckvorgang aus. Bei diesen Pumpenkonstruktionen ist ein absolutes synchrones Arbeiten von Saug- oder Druckseite nicht möglich, selbst wenn eine Besserung in der Förderung durch Mehrfachköpfe teilweise erreicht werden kann. Die Einzelvorgänge, die im einzelnen Pumpenkopf betrachtet werden müssen, sind aufgrund der Rotationsbeschleunigung des Steuergetriebes und der damit verbundenen Umsetzung von Rotation- in Hubbewegung immer ungleichmäßig und Grund für die primäre Pulsation im Förderstrom.

Ein weiterer Nachteil bei bekannten Pumpenkonstruktionen ist, daß bei kleiner werdenden Volumenstrom der Totraum im Pumpenkopf größer wird. Das heißt, daß der eigentliche fördernde Verdrängerkörper seinen Arbeitsweg proportional der Fördermenge verändert.

Einkolbenpumpen bauen sehr groß, sind sehr teuer und arbeiten nicht kontinuierlich. Die Konstruktionen lassen ein Selbstansaugen nicht zu, so daß zusätzlich saugseitig Pumpen benötigt werden. Ihr großes Totraumvolumen macht sie z. B. für Probennahmen nicht tauglich. Selbst bei denkbaren Zwillingskolbenpumpen ist ein synchrones Arbeiten von Saug- und Druckvorgang nicht möglich.

Aus der Patentschrift US 5,066,199 ist eine Fördervorrichtung bekannt, bei der eine Fluidförderung mittels einer Doppelkolbenpumpe im Zusammenwirken mit zwei Paaren von durch Schwerkraft gesteuerten Ventilen ermöglicht wird. Diese Vorrichtung hat den Nachteil, daß die dabei verwendeten Schwerkraftventile insbesondere bei höherer Dichte des zu fördernden Fluids nicht mehr sicher schließen. Als besonderer Nachteil er-

weist sich die Konstruktion der verwendeten Doppelkolbenpumpen, bei der die Rückholung der Kolben mittels einer Rückholfeder erreicht werden soll, die selbst bei weitestmöglicher Kompression immer noch einen unerwünschten Totraum einschließt. Im übrigen verhindert die Verwendung der in der Vorrichtung benutzten Steuerscheibe eine vollständige Entleerung der Pumpenkörper.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, scherempfindliche Fluide, insbesondere Polymerdispersionen, kontinuierlich, pulsationsarm und schonend zu fördern, so daß die Fluide in ihrem Phasenzustand durch die Förderung unbeeinflusst bleiben, und insbesondere bei Dispersionen keine Phasentrennung oder Koagulation erfolgt. Insbesondere soll ermöglicht werden, einen Polymerlatex aus einem Reaktor in eine Umpumpschleife und zurück zu fördern, wobei die Bildung von Koagulat oder Teilchenneubildung vermieden wird. Der Erfindung liegt ferner die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung bereitzustellen, die diese Förderung schonend und über einen langen Zeitraum störungsfrei und betriebssicher ermöglicht. Insbesondere soll die Vorrichtung ermöglichen, das Fluid zwischen verschiedenen Anlagenteilen, z. B. einem Reaktor und einer Meßschleife mit unterschiedlichen Druckverhältnissen, schonend hin und her zu überführen. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Fluid mittels einer tottraumfreien, pulsationsarmen Doppellanghubkolbenpumpe angesaugt und gepumpt wird und im durchflossenen Leitungssystem tottraumfreie Ventile zum Einsatz kommen. Diese Doppellanghubkolbenpumpe sitzt z. B. in einer Druckschleife, wobei durch eine Schleuse oder ein Überstromventil, welches als verbindendes Element zu einem parallel angeordneten Meßkreis mit anderem Druckniveau dient, eine definierte Probenmenge überführt wird und im parallelen Meßkreis von einer zweiten Langhubkolbenpumpe gleicher Bauart den eigentlichen On-line-Meßgeräten zugeführt wird.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide, insbesondere von Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen, mit einer Viskosität bis 100.000 mPa.s bei einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid über wenigstens ein tottraumfreies Ventil von einem Kolben einer Doppellanghubkolbenpumpe angesaugt wird, während synchron Fluid aus dem zweiten Kolbenraum ebenfalls über wenigstens ein weiteres tottraumfreies Ventil zur Förderseite abgegeben wird und nach vollständiger Entleerung des zweiten Kolbenraumes das erste Ventil abgabeseitig geöffnet und ansaugseitig geschlossen wird, während das zweite Ventil abgabeseitig geschlossen und ansaugseitig geöffnet wird und synchron die Bewegungsrichtung der Kolben umgekehrt wird, wobei die Kolben auf einer Spindel sitzen, wobei die Bewegungsrichtung der Kolben und die Stellung der Ventile über Kontaktschalter gesteuert werden und das im Kolbenraum nach

Entleerung noch verbleibende Restvolumen weniger als 1 % des Hubvolumens beträgt. Eine bevorzugte Ausführungsform ist dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid in einer Umpumpschleife gefördert wird, die an einen Reaktor angekoppelt ist. In dieser Umpumpschleife oder parallel zu dieser können sich Meßfühler bzw. Sensoren oder Einbauten befinden. Beispiele für solche Meßfühler sind Temperaturmeßfühler, pH-Elektroden, Leitfähigkeitselektroden, NIR-Lichtleitersonden, schwingende U-Rohre für Dichtemessungen, Refraktometer, Ultraschallmeßköpfe oder Vorrichtungen zur Kalorimetrie. Die genannten Meßfühler bzw. Meßgeräte werden durch das im Kreis geführte Fluid (z. B. ein Latex) nicht belegt oder verstopft. Es ist grundsätzlich möglich, in die Umpumpschleife weitere Vorrichtungen zur Durchmischung, wie Statikmischer oder Wärmetauscher, einzubringen, welche aufgrund der stetigen pulsationsfreien und gering scherbeanspruchenden Fördervorrichtung nicht belegt oder verstopft werden. Eine weitere bevorzugte Variante des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid durch ein Überstromventil oder eine Schleuse in einen Bereich verminderten Drucks (z.B. eine sekundäre Umpumpschleife) geleitet wird. Besonders bevorzugt ist eine Variante dieses Verfahrens, bei der das Überstromventil bzw. die Schleuse als Kopplung zwischen Primär- und Sekundärpumpenkreislauf geschaltet ist. Mit dieser Variante ist es möglich, definierte Probenvolumina des Fluids aus der Hauptfließleitung bzw. einem primären Umpumpkreislauf abzuzweigen und z.B. einer Messung unter vermindertem Druck zuzuführen.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispiels beispielhaft näher erläutert.

Es zeigen

- Fig. 1 Schema der erfindungsgemäßen Förderung von scherempfindlichen Fluiden
- Fig. 2 schematische Abbildung des Förderverfahrens als Teil einer Umpumpschleife und zum Auskoppeln von Polymerisat
- Fig. 3 Aufbau der erfindungsgemäßen Doppellanghubkolbenpumpe in einer Seitenansicht
- Fig. 4 erfindungsgemäße Doppellanghubkolbenpumpe in Draufsicht.

An einen Reaktor 1 zur Emulsionspolymerisation von Butadien, der unter einem Druck von > 5 bar arbeitet, ist eine Umpumpschleife 2 geschaltet, die eine neue Doppellanghubkolbenpumpe 3 mit zwangsgesteuerten Ein- bzw. Ausgangsventilen 4, 5 als Fördervorrichtung enthält sowie ein Überstromventil 6, welches den primären Kreislauf 2 mit dem sekundären Kreislauf 7 verbindet. Die neu entwickelte Doppellanghubkolbenpumpe ist in den Figuren 3 und 4 abgebildet. Ihre beiden Kolben 8 und 9 werden über ein Winkelhubgetriebe 10 mit vorgeschaltetem Regelgetriebe 11 angetrieben. Das Hubvolumen der Pumpenköpfe läßt sich durch einen Ring

12 einstellen, der gleichzeitig die Aufgabe übernimmt, einen Kontaktschalter 13 für die Drehrichtungsänderung und für die Umschaltung der Armaturen zu betätigen. Doppelte Dichtungen und Stützringe sind am Kopf jedes Kolbens zum Gehäuse abdichtend plaziert. Die Kopfdichtung der Kolben ermöglicht die Gestaltung eines totraumarmen Pumpenkopfes unabhängig von der Hubvolumenmenge. Das angesaugte Produktvolumen wird quantitativ aus dem Pumpenkopf während des Förderns verdrängt. Während einerseits das Reaktionsgemisch durch den Kolben 23 beispielsweise langsam angesaugt wird, drückt der entgegengesetzte Kolben 24, der über die gleiche Spindel 14 geführt ist wie Kolben 23, vorher angesaugtes Reaktionsgemisch quantitativ aus dem Pumpenkopf. Die erfindungsgemäße Doppellanghubkolbenpumpe ist selbstansaugend und selbstbelüftend bei einer Pulsationsfrequenz von weniger als 10 Hub pro Minute. Der Totraum der Pumpe beträgt weniger als 1% des Pumpenkopfvolumens. Es ist möglich, mit der Pumpe bei einem Druck bis 300 bar und einer Temperatur von -100 bis +250° C zu arbeiten. Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Pumpe können auch feststoffhaltige Fluide gepumpt werden, wenn die Sedimentationszeit des Feststoffs größer ist als die Verweilzeit des Fluids im Pumpenkopf. In einer bevorzugten Ausführung weist die Spindel der Pumpe eine zusätzliche Verdrehssicherung auf.

Die Doppellanghubkolbenpumpe 3 ermöglicht, eine Teilstrommenge des Reaktionsvolumens aus dem Reaktor 1 ständig produktschonend umzupumpen. Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung wurden 100 ml/h Butadien-Polymerisat über 100 h bei einem Druck von 5 bar und einer Temperatur von 50°C ohne Ablagerung oder Koagulatbildung umgepumpt.

Die Umpumpschleife 2 ist in einer bevorzugten Ausführung über ein Überstromventil 6 mit einem Vakuumgefäß 13 verbunden. Das Überstromventil 6 verhindert eine spontane Entspannung der flüssigen Monomere, die in der Probenmenge enthalten sind. Es wird dadurch eine unkontrollierte Schaumbildung verhindert. Das Vakuumgefäß 13 hat ein definiertes Volumen und wird über eine Steuerung auf einen vorgewählten Unterdruck, z.B. 50 mbar, evakuiert. Ist der Unterdruck erreicht, schaltet die Steuerung ein in der Umpumpschleife befindliches Ventil 25 in Zustellung, so daß die Doppellanghubkolbenpumpe 3 das definierte Volumen gegen das in Zustellung befindliche Ventil 25 pumpt und den Systemdruck in der Umpumpschleife erhöht. Das Überstromventil 6 läßt die Probenmenge bei einem vorher eingestellten Druck, der über dem Reaktordruck liegt, in das Vakuumgefäß passieren. Sobald die Probenmenge aus der Umpumpschleife geschleust ist, gibt die Steuerung den Befehl, das Ventil 25 zu öffnen, so daß der Umpumpkreislauf wieder in Betrieb gesetzt wird. Die eingespritzte Probe erzeugt im Vakuumgefäß, welches aus einem geeichten, zylindrischen Meßgefäß 13 und einem Ausgleichsgefäß 15 besteht eine Druck-

gelegt, daß bei Entspannung eines niedrigsiedenden Bestandteils des mehrphasigen Fluids der max. entstehende Druck 1 bar absolut nicht übersteigt. Die Druckerhöhung wird wiederum verstärkt durch verdampfende Bestandteile der Probe. Verändert sich nach einer gewissen Zeit (z.B. < 30 min) der Druck im Meßgefäß nicht mehr, so wird die Druckdifferenz berechnet und zusammen mit der Temperatur, dem Volumen der Probe und dem Volumen des Vakuumbehälters die Monomerkonzentration bestimmt und damit Rückschluß auf die derzeitige Produktzusammensetzung im Reaktor getroffen. Ist der druckerzeugende Bestandteil der Reaktorprobe isoliert, wird die verbleibende, nicht verdampfte Probenmenge automatisch mit der vorgegebenen Sollprobenmenge verglichen. Ist das gemessene Probenvolumen unter dem Sollwert wird erneut das Vakuumgefäß evakuiert und eine weitere Probe von der Doppellanghubkolbenpumpe angefordert. Dieser Teilvorgang wiederholt sich so lange, bis die ausreichende Probenmenge erreicht ist. Anschließend wird das Vakuumgefäß 13 mit Inertgas belüftet und der Rest der Probe in eine Meßschleife gepumpt. Der Meßkreis 7 ist mit einer Einfachlanghubkolbenpumpe 16 ausgerüstet um Meßsensoren mit Produkt zu versorgen. Die Einfachlanghubkolbenpumpe ist wie die Doppellanghubkolbenpumpe mit zwangsgesteuerten Ventilen 17 bzw. 18 ausgerüstet. Ist die isolierte Probe aus dem Vakuumgefäß abgesaugt, schalten die Ventile 17, 18 auf den eigentlichen Meßkreis um. Dadurch wird das Vakuumgefäß zwischen Ventil 6 und Ventil 17 vom übrigen Verfahren zwischenzeitlich ausgeklammert. Jetzt kann automatisiert ein Reinigungsvorgang der Entgasungszelle, bestehend aus Spül- und Trockenvorgang, parallel zum anderen automatisierten Prozeß ablaufen. Der Spülvorgang ist bei vorangeschalteten Probenaufarbeitungsvorgängen notwendig um produktbenetzte Teile zu reinigen, damit bei Folgemessungen keine Meßwertverfälschungen erfolgen. Der Spül- und Trocknungsvorgang wird durch die Ventile 20 bzw. 21 eingeleitet. Nachdem die Spülflüssigkeit in das Vakuumgefäß eingeleitet wurde öffnet das Ventil 22, um die eingeschleuste Spülmittelmenge in ein angekoppeltes Auffanggefäß abfließen zu lassen. Der Spülvorgang kann wahlweise nach Produkteigenschaften mehrmals wiederholt werden. Nach Beendigung des Spülens erfolgt ein Trocknungsvorgang, der durch das Ventil 21 eingeleitet wird. Der Trocknungsvorgang ist nur dann erforderlich, wenn die restliche Spülflüssigkeitsmenge, die an inneren Wandungen haftet, nicht durch das anschließende Evakuieren verdampft und dadurch den Ausgangsmeßwert für die Ermittlung des Niedrigsieders verfälscht. In dieser Meßschleife können weitere Analysen- oder Meßgeräte eingebaut werden, um unterschiedliche Eigenschaften der entgasten Probe zu bestimmen.

Der gemessene Probenrest kann über ein weiteres Drei-Wege-Ventil aus der Meßschleife in die Umpumpschleife 2 zugeführt werden und damit in den Reaktor als Saatpolymer zurückgeführt werden. Die Förderung

des Polymerisats in der Meßschleife wird bevorzugt ebenfalls mit Hilfe einer weiteren erfindungsgemäßen Fördereinrichtung, insbesondere mit Hilfe einer zweiten erfindungsgemäßen Pumpe vorgenommen. Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich, eine vollautomatische Probennahme und Bestimmung der aktuellen Monomerkonzentration während einer Druckpolymerisation durch die genannte Druckdifferenzmessung zu erreichen. Die hierbei ermittelte Monomerkonzentration kann als Steuergröße für die Dosierung von Monomer- bzw. Initiatorzugabe verwendet werden. Als besonderer Vorteil erweist sich, daß das gemessene Polymerisat aufgrund der schonenden Förderung und der weiteren Behandlung, z.B. in der Meßschleife, dem Reaktionsgemisch im Reaktor wieder zugeführt werden kann, ohne Beeinträchtigung der Produktqualität. Eine Variante zur Überführung von Polymerisat in die Meßschleife besteht darin, ein definiertes, mit Reaktionsgemisch gefülltes Volumen der Umpumpschleife 2 abzusperren und im gleichen Augenblick einen Schleifenumgang zu öffnen, so daß der Produktstrom in der Umpumpschleife nicht unterbrochen wird. Die unter Druck stehende Menge Reaktionsgemisch in der Schleuse wird dann spontan in das Vakuumgefäß entleert. Anschließend wird die Schleuse wieder in den Reaktionsgemischstrom geschaltet und die Schleifenumgehung geschlossen. Die Schleuse ersetzt hierbei das Überstromventil 6.

Es ist möglich, die Entmonomerisierung oder Aufbereitung des Reaktionsgemisches im Vakuumgefäß durch mehrfaches Evakuieren und anschließendes Belüften mit Inertgas zu vervollständigen, wobei Lichtschranken als Schaumwächter z.B. bei schäumenden Produkten eingesetzt werden können.

Typische Messungen, z.B. an entmonomerisiertem Latex im Zuge der Meßschleife, sind Dichte-, Brechzahl-, NIR-, Ultraschall-, pH- und Leitfähigkeitsmessungen. Des weiteren können an definiert verdünnten, entmonomerisiertem Latex Lichtextinktionsmessungen (gegebenenfalls bei verschiedenen Wellenlängen) oder eine Teilchengrößenbestimmung mit Hilfe der Laserkorrelationsspektroskopie durchgeführt werden. Durch eine Kombination der Informationen aus diesen Messungen wird es möglich, bei laufender Reaktion die Kinetik der Polymerisation zu bestimmen und eine Prozeßsteuerung durchzuführen.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, aufweisend eine Doppellanghubkolbenpumpe 3 mit zwei Kolben 8 und 9, einer Ansaugleitung und einer Abgabelleitung, wenigstens zwei Ventilen 4 und 5, insbesondere Drei-Wege-Ventilen, die den jeweiligen Kolbenraum 23 oder 24 der Kolben 8 und 9 mit der Ansaugleitung oder der Abgabelleitung verbinden, dadurch gekennzeichnet, daß das Ventil 4 und das weitere Ventil 5 totraumfreie Ventile sind, die über einen jeweiligen Kontaktschalter 26 oder 13 der Doppellanghubkolbenpumpe 3 gesteuert sind, daß die Kolben 8 und 9 synchron

bewegbar sind, und die Änderung der Bewegungsrichtung der Kolben 8, 9 zur Steuerung der Ventile 4 und 5 verwendet wird, und daß das Restvolumen der Kolbenräume 23 und 24 weniger als 1 % des Hubvolumens beträgt.

Als Doppellanghubkolbenpumpe ist insbesondere geeignet eine pulsationsarme totraumfreie Doppellanghubkolbenpumpe mit einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h zur Förderung von scherempfindlichen Fluiden mit einer Viskosität bis 100.000 mPa.s aufweisend zwei Kolben 8, 9 auf einer gemeinsamen Antriebsspindel 14 einem Winkelhubgetriebe 10 mit vorgeschaltetem Regelgetriebe 11 oder einem hydraulischen Getriebe zum Antrieb der Kolben 8, 9 einen Ring 12 zum Einstellen des Hubvolumens der Pumpenköpfe 23, 24 einem Kontaktschalter 26 für die Drehrichtungsänderung einer Initiatorscheibe 27 sowie doppelten Dichtungen am Kopf der Kolbenräume.

Der Antrieb der Pumpe erfolgt z.B. über ein Untersetzungsgetriebe mit in Reihe geschaltetem Winkelhubgetriebe, welches die Drehbewegung in eine rotationsfreie Hubbewegung der Kolben 8, 9 umsetzt. Das hat den Vorteil, daß der Saug- und Druckkolbenkopf auf einer Spindel montiert werden und die Doppelkolbenpumpe kontinuierlich fördern kann. Durch diese Anordnung fahren Druck- bzw. Saugkolben absolut synchron. Jeweils die Produkt abgewandte Seite des jeweiligen Saugkolbenkopfes löst den Schalter aus, um vom Druckvorgang auf den Saugvorgang umzuschalten. Die Konstruktion kann auch so ausgelegt werden, daß anstatt des Saugkopfes der Druckkopf die Umschaltung auslöst. In dem Fall müßte der Schaltsensor nicht getriebeseitig sondern pumpenkopfseitig platziert werden. Die Hubstange, die eine Gewindestange ist (Kolbenstange), auf der die beiden Kolbenköpfe sitzen, ist beispielsweise mit einer axialverlaufenden Nut versehen, in die bevorzugt eine Verdrehsicherung eingreift, um eine Rotation der Hubstange zu vermeiden. Der Kolbenkopf ist zum Kolbengehäuse mit mindestens einer elastischen Dichtung und mindestens einem Führungsring versehen, so daß das angesaugte Produkt auch vollständig beim Druckvorgang aus dem Kolbenkopfgehäuse verdrängt werden kann.

Saug- und Druckkammer sind z.B. über zwei Kapillaren, in denen zwei zwangsgesteuerte Drei-Wege-Ventile (Kugelhähne) (4, 5), platziert sind, miteinander verbunden. Die Drei-Wege-Ventile sorgen für eine Trennung der beiden Kammern. Anstatt der zwei Drei-Wege-Ventile können auch vier Einzelventile vorgesehen werden. Vorzugsweise bestehen die Ventile aus Kugelhähnen, um einen scherungsfreien Produktdurchgang zu gewährleisten. Jeder Kolben hat eine Produkteintrittsöffnung und eine -austrittsöffnung, sie sind vertikal untereinander angeordnet, der Eintritt unten und der Austritt oben, um eine Selbstbelüftung und ein Selbstansaugen der Pumpe zu ermöglichen. In einer besonderen Ausführungsform wird eine Teleskopspindel (längenverstellbare Spindel) eingesetzt, um bei kleinsten Hub-

volumenmengen einen Pumpkreislauf erzeugen zu können und das Restvolumen klein zu halten. Die Doppellanghubkolbenpumpe kann unabhängig von der Fördermenge den Pumpenkopf restlos entleeren. Aufgrund der extrem niedrigen Hubfrequenz (z.B. max. 2 Hübe pro Minute) entsteht eine pulsationsarme Produktförderung, das Produkt wird laminar gefördert, es entsteht eine Pfropfenströmung in den Kapillaren oder Rohrleitungen. Die laminare Förderung eines Produkts ist bei konstantem Druck Voraussetzung für den scherungsfreien Transport von Latices. Vorzugsweise sollte der Pumpenantrieb und das Pumpenkopfvolumen so ausgelegt werden, daß ein Schaltzyklus größer 5 Minuten eingehalten wird. Dadurch wird ein scherungsfreies Pumpen z.B. der Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen gewährleistet. Diese Frequenzmerkmale beschreiben ein pulsationsfreies (-armes) Förderungssystem, welches scherempfindliche Produkte über lange Zeit pumpen kann.

Aufgrund der einfachen Konstruktion kann die Pumpe Kleinstmengen, ab 10 ml/h kontinuierlich fördern, oder auch definierte Mengen im ml-Bereich ansaugen und als Probennehmer bei diskontinuierlichen bzw. kontinuierlichen Prozessen eingesetzt werden. Die Pumpe kann als Schleuse fungieren, weil Druck- und Saugseite voneinander getrennt sind, sie kann Produktmengen aus einem Unterdruck- bzw. Überdruckbereich in einem Unterdruck- bzw. Überdruckbereich überführen. Aufgrund der tottraumfreien Ausführung erfolgt keine Rückvermischung mit zeitlich älteren Produktmengen.

Ein besonderer Vorteil des Verfahrens mit der Doppellanghubkolbenpumpe ist, daß mit der eingestellten Probenmenge von z.B. 10 ml, eine definierte Produktmenge pro Hub gefördert wird und zu einem beliebigen Zeitpunkt z.B. in einen Meßkreislauf überführt werden kann. Diese Probenmenge bzw. der max. Hubweg ist mit einer Stellmutter auf der Kolbenspindel im Inneren des Kolbengehäuses einstellbar.

Die Kolbenköpfe und Pumpengehäuse können aus geeigneten metallischen und/oder nichtmetallischen Werkstoffen bestehen. In besonderen Ausführungsformen kann auch das Kolbengehäuse mit Glas- oder Keramikhülsen ausgekleidet werden. Das Kolbengehäuse kann auf einfache Weise beheizt oder gekühlt werden.

Aufgrund der Trennung von Druck- und Saugseite können zwischen diesen beliebigen positive oder negative Druckdifferenzen bestehen. Die Pumpe kann bei einer Temperatur von -100°C bis +200°C betrieben werden. Üblich ist es, die Pumpe in einem Temperaturbereich von etwa -20 bis +150°C, im Falle von Latices im Bereich von +2 bis +100°C einzusetzen. Das Verhältnis von Hubvolumen zu Restvolumen im Pumpenkopf, welches ein Maß für die Totraumfreiheit ist, beträgt bevorzugt kleiner als 1 %.

Patentansprüche

1. Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide mit einer Viskosität bis 100.000 mPas bei einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid über wenigstens ein tottraumfreies Ventil (4) von einem Kolben (8) einer Doppellanghubkolbenpumpe (3) angesaugt wird, während synchron Fluid mit dem zweiten Kolben (9) aus dem zweiten Kolbenraum (24) ebenfalls über wenigstens ein weiteres tottraumfreies Ventil (5) zur Förderseite abgegeben wird und nach Entleerung des zweiten Kolbenraums (24) das Ventil (4) abgabeseitig geöffnet und ansaugseitig geschlossen wird, während das weitere Ventil (5) abgabeseitig geschlossen und ansaugseitig geöffnet wird und synchron die Bewegungsrichtung der Kolben (8, 9) umgekehrt wird, wobei die Kolben (8) und (9) auf einer Spindel (14) sitzen, wobei die Bewegungsrichtung der Kolben (8, 9) und die Stellung der Ventile (4, 5) über Kontaktschalter (26) gesteuert werden und das im Kolbenraum nach Entleerung noch verbleibende Restvolumen weniger als 1 % des Hubvolumens beträgt.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das scherempfindliche Fluid in einer Umpumpschleife (2) gefördert wird, die an einen Reaktor (1) angekoppelt ist.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das scherempfindliche Fluid ein Polymerlatex oder eine Kunststoffdispersion ist.
4. Verfahren gemäß Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid über ein Überstromventil (6) oder eine Schleuse, die zwischen den Umpumpkreislauf (2) und einen Bereich verminderten Drucks geschaltet sind, in den Bereich verminderten Drucks gepumpt wird.
5. Verfahren gemäß den Ansprüchen 3 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Bereich verminderten Drucks Teil einer Meßschleife (7) ist, die parallel zur Umpumpschleife (2) geführt ist und als Meßeinrichtungen wenigstens ein geeichtes Vakuumgefäß mit Druckmeßgerät zur Bestimmung Monomerkonzentration des Polymerlatex aufweist.
6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, aufweisend eine Doppellanghubkolbenpumpe (3) mit zwei Kolben (8) und (9), einer Ansaugleitung und einer Abgabelleitung, wenigstens zwei Ventilen (4) und (5), insbesondere Drei-Wege-Ventilen, die den jeweiligen Kolbenraum (23) oder (24) der Kolben (8) und (9) mit der Ansaugleitung oder der Abgabelleitung verbinden, dadurch gekennzeichnet, daß das Ventil (4) und das weitere

Ventil (5) totaumentfreie Ventile sind, die über einen jeweiligen Kontaktschalter (26) oder (13) der Doppellanghubkolbenpumpe (3) gesteuert sind, daß die Kolben (8) und (9) synchron bewegbar sind, und die Änderung der Bewegungsrichtung der Kolben (8, 9) zur Steuerung der Ventile (4) und (5) verwendet wird, und daß das Restvolumen der Kolbenräume (23) und (24) weniger als 1 % des Hubvolumens beträgt.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß sie in eine Umpumpschleife (2) geschaltet ist, die an einen Reaktor (1) angekoppelt ist.
8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7 mit einem Überströmventil (6) oder einer Schleuse auf der Abgabeseite der Fördereinrichtung in der Umpumpschleife zur Überführung von Fluid in einem Bereich verminderten Druckes.

Claims

1. Process for continuously conveying shear-sensitive fluids having a viscosity of up to 100,000 mPa.s with a pump capacity of 10 ml/h to 100 l/h, characterised in that the fluid is aspirated via at least one clearance-free valve (4) by a piston (8) of a double-long-stroke reciprocating pump (3) while fluid is synchronously emitted by the second piston (9) from the second piston chamber (24) likewise via at least one additional clearance-free valve (5) towards the conveying side and after evacuation of the second piston chamber (24) the valves (4) is opened on the emission side and closed on the suction side while the additional valve (5) is closed on the emission side and opened on the suction side and the direction of motion of the pistons (8, 9) is synchronously reversed, whereby the pistons (8) and (9) are located on one spindle (14), whereby the direction of motion of the pistons (8, 9) and the positions of the valves (4, 5) are controlled via contact switches (26) and the residual volume still remaining in the piston chamber after evacuation amounts to less than 1 % of the stroke volume.
2. Process according to Claim 1, characterised in that the shear-sensitive fluid is conveyed in a recirculating loop (2) which is coupled to a reactor (1).
3. Process according to Claims 1 and 2, characterised in that the shear-sensitive fluid is a polymer latex or a plastic dispersion.
4. Process according to Claims 2 and 3, characterised in that the fluid is pumped into the region of reduced pressure via an overflow valve (6) or a sluice which

is connected between the recirculating circuit (2) and a region of reduced pressure.

5. Process according to Claims 3 to 4, characterised in that the region of reduced pressure is part of a metering loop (7) which is parallel to the recirculating loop (2) and by way of metering devices comprises at least one calibrated vacuum vessel with pressure gauge for determining the monomer concentration of the polymer latex.
6. Device for implementing the process according to Claim 1, comprising a double-long-stroke reciprocating pump (3) with two pistons (8) and (9), a suction line and an emission line, at least two valves (4) and (5), in particular three-way valves, which connect the respective piston chamber (23) or (24) of the pistons (8) and (9) to the suction line or the emission line, characterised in that the valve (4) and the additional valve (5) are clearance-free valves which are controlled via a respective contact switch (26) or (13) of the double-long-stroke reciprocating pump (3), in that the pistons (8) and (9) are capable of being moved synchronously and the change in the direction of motion of the pistons (8, 9) is used for controlling the valves (4) and (5), and in that the residual volume of the piston chambers (23) and (24) amounts to less than 1 % of the stroke volume.
7. Device according to Claim 6, characterised in that it is connected to a recirculating loop (2) which is coupled to a reactor (1).
8. Device according to Claim 7, with an overflow valve (6) or a sluice on the emission side of the conveying device in the recirculating loop for transporting fluid in a region of reduced pressure.

Revendications

1. Procédé pour l'alimentation en continu de fluides sensibles aux cisaillements, avec une viscosité allant jusqu'à 100,000 mPa.s, sous une capacité de refoulement de 10 ml/h jusqu'à 100 l/h, caractérisé en ce que le fluide est aspiré via au moins une valve (4) exempte de volume mort, par un piston (8) d'une pompe à piston double à course longue (3), cependant que le fluide est refoulé de manière synchrone par le second piston (9) hors de la seconde chambre à piston (24) vers le côté de refoulement et également via au moins une autre valve (5) exempte de volume mort, et après le vidage de la seconde chambre à piston (24) on ouvre la valve (4) du côté refoulement et on la referme du côté aspiration, tandis que l'on referme l'autre valve (5) du côté refoulement et qu'on l'ouvre du côté aspiration, et l'on inverse de manière synchrone la direction de dé-

placement des pistons (8, 9), dans lequel les pistons (8) et (9) sont montés sur une broche (14), la direction de déplacement des pistons (8, 9) et la position des valves (4, 5) sont commandées au moyen de commutateurs à contact (26), et en ce que le volume résiduel qui reste encore dans la chambre à piston après le vidage s'élève à moins de 1% du volume déplacé.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fluide sensible au cisaillement est alimenté dans une boucle de pompage (2) qui est accouplée à un réacteur (1). 10
3. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le fluide sensible au cisaillement est un latex de polymère ou une dispersion de matière plastique. 15
4. Procédé selon les revendications 2 et 3, caractérisé en ce que le fluide est pompé jusque dans une région de pression réduite, via une valve de surcharge (6) ou un sas, qui sont branchés entre le circuit de pompage (2) et la région de pression réduite. 20
25
5. Procédé selon les revendications 3 à 4, caractérisé en ce que la région de pression réduite fait partie d'une boucle de mesure (7) qui est menée parallèlement à la boucle de pompage (2) et qui comporte comme dispositif de mesure, au moins un récipient sous vide étalonné avec un appareil de mesure de pression, pour déterminer la concentration en monomère du latex de polymère. 30
6. Appareil pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, comprenant une pompe à piston double à course longue (3) avec deux pistons (8) et (9), une conduite d'aspiration et une conduite de refoulement, au moins deux valves (4) et (5), en particulier des valves à trois voies, qui relient la chambre à piston respective (23) ou (24) des pistons (8) et (9) avec la conduite d'aspiration ou la conduite de refoulement, caractérisé en ce que la valve (4) et l'autre valve (5) sont des valves exemptes de volume mort, qui sont commandées par un commutateur à contact respectif (26) ou (13) de la pompe à piston double à course longue (3), en ce que les pistons (8) et (9) sont susceptibles d'être déplacés de façon synchrone, et l'on utilise la modification de la direction de déplacement des pistons (8, 9) pour commander les valves (4) et (5), et en ce que le volume résiduel des chambres à piston (23) et (24) s'élève à moins de 1% du volume déplacé. 35
40
45
50
7. Appareil selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il est monté dans une boucle de pompage (2) qui est accouplée à un réacteur (1). 55

8. Appareil selon la revendication 7, comprenant une valve de surcharge (6) ou un sas du côté de refoulement du dispositif d'alimentation, dans la boucle de pompage, pour le transfert des fluides dans une région à pression réduite. 5

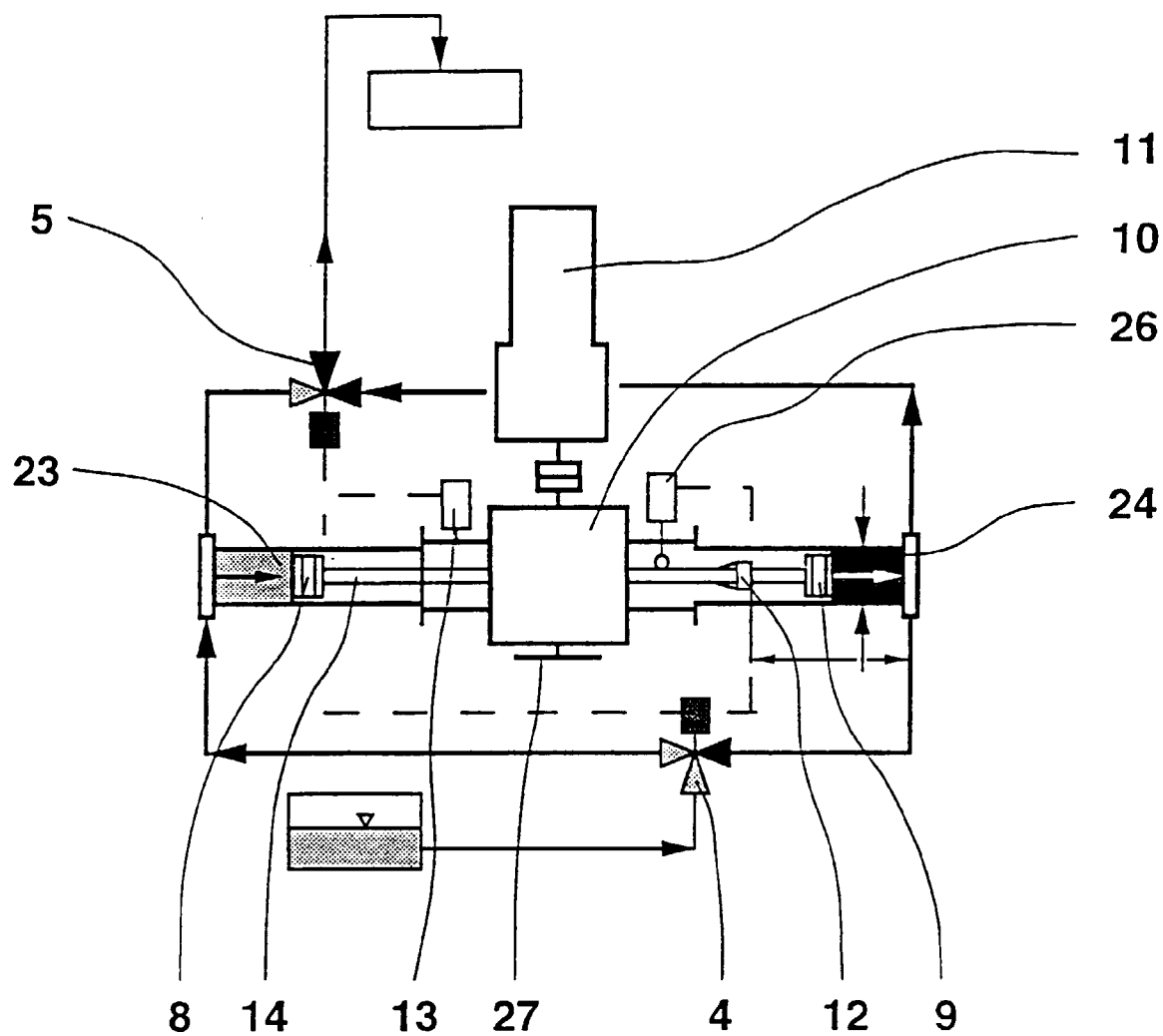


Fig. 1

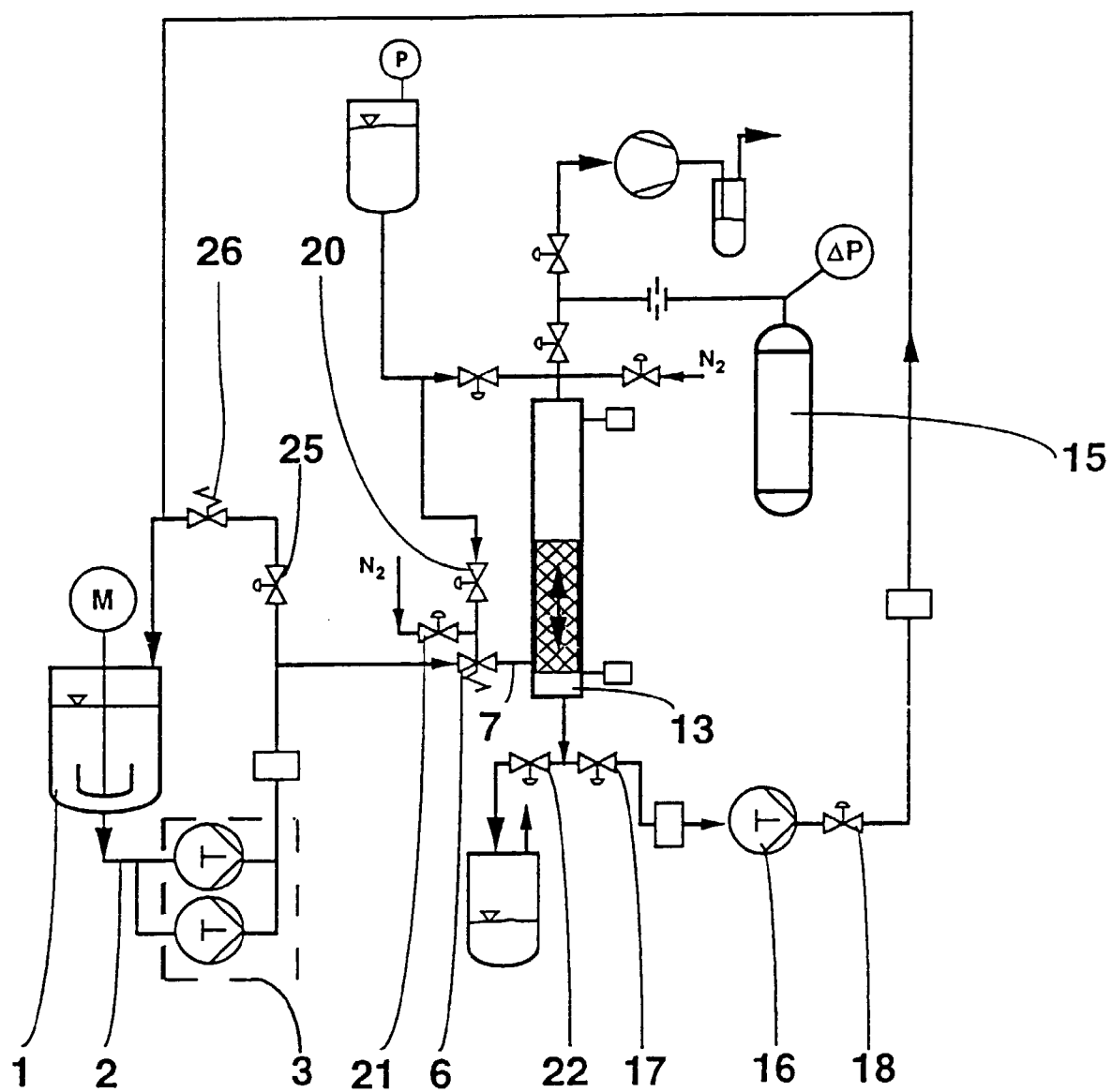


Fig. 2

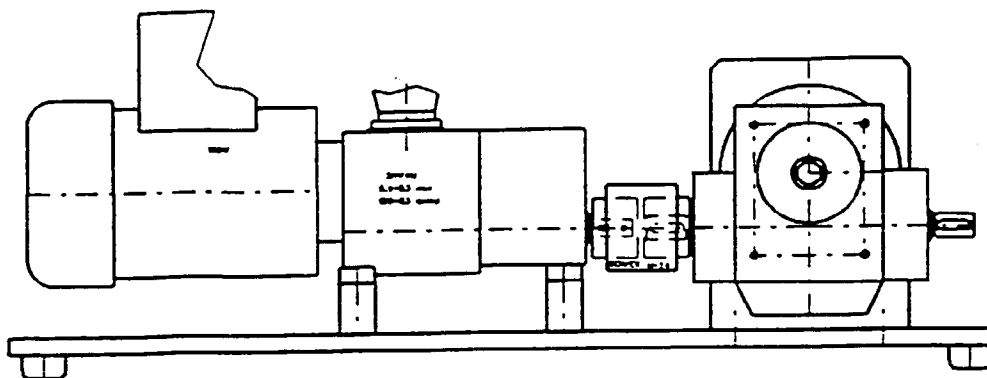


Fig. 4

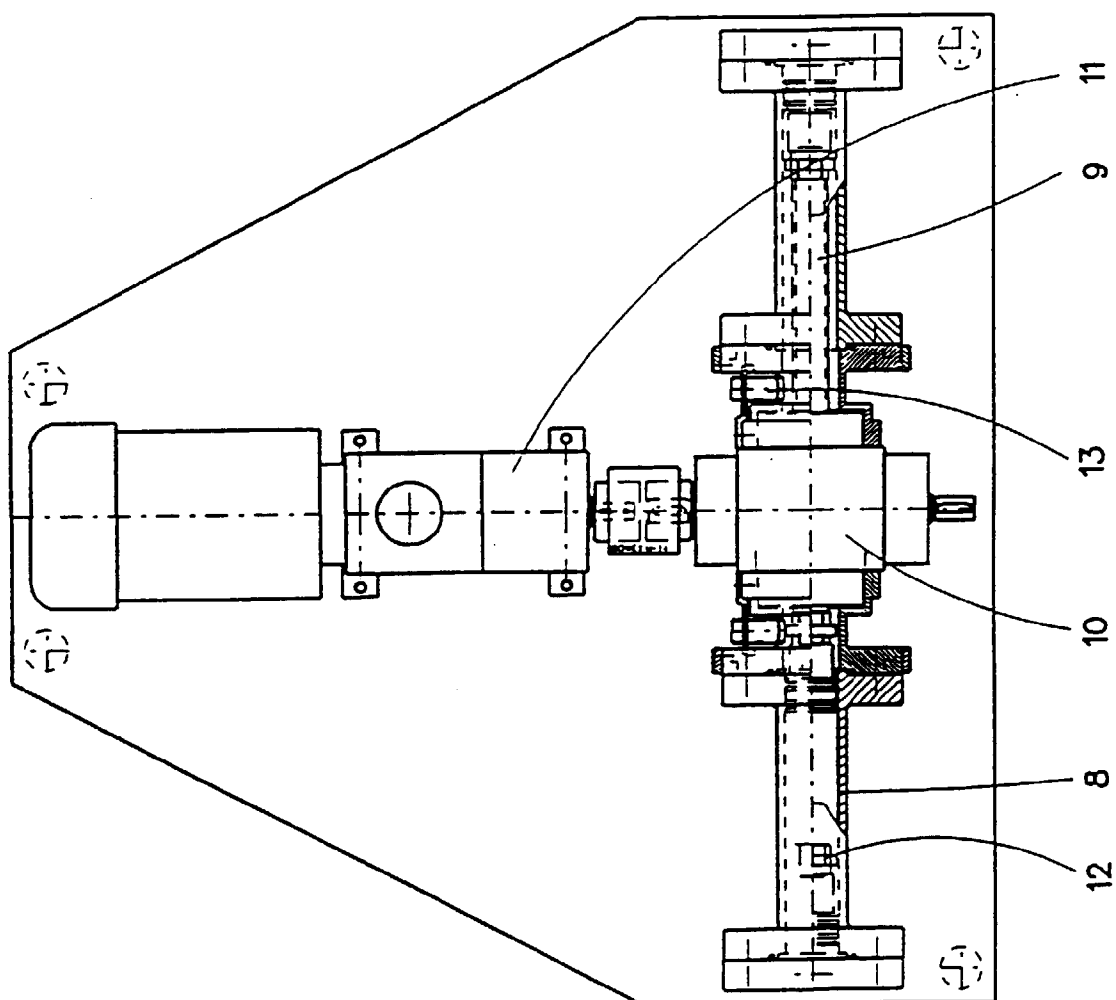


Fig. 3