

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Patent
aufrechterhalten nach
§ 12 Abs. 3 ErstrG

(12) **PATENTSCHRIFT**
(11) **DD 298 480** **B 5**

(51) Int. Cl.⁶: **B 01 F 13/06**
B 01 F 15/06
B 01 F 7/16
B 29 B 7/16

DEUTSCHES PATENTAMT

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Aufrechterhaltung kann Einspruch eingelegt werden

(21) Aktenzeichen:	(22) Anmeldetag:	(44) Veröff.-tag der DD-Patentschrift:	(45) Veröff.-tag der Aufrechterhaltung:
DD B 01 F / 302 980 0	21. 05. 87	27. 02. 92	19. 09. 96

(30) Unionspriorität:

-

(72) Erfinder: Liepe, Friedrich, Prof. Dr. sc., 01309 Dresden, DE; Rohleder, Henry, Dipl.-Ing., 06847 Dessau, DE; Schmidt, Dieter, Dipl.-Ing., 06766 Wolfen, DE; Pawlak, Peter, Dipl.-Ing. Dr., 06794 Zscherndorf, DE

(73) Patentinhaber: GSE-Gesellschaft für Spezialfolien-Entwicklung mbH, Industriepark Wolfen/Thalheim, 06766 Wolfen, DE

(74) Vertreter: Leinung, Günter, Pat.- und Rechtsanw., 39108 Magdeburg

(54) Vorrichtung zur Herstellung von viskosen Lösungen

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
DE 3 428 261 A 1 DE-OS 2 457 001 DE-OS 2 445 287 DE-OS 2 417 137

Patentanspruch:

Vorrichtung zur Herstellung von viskosen Lösungen, bestehend aus einem temperierbaren, verschließbaren Rührkessel mit Anschlüssen und vierblättrigem kammförmigen Rührer, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Rührerblätter abgerundete trapezförmige Aussparungen besitzen, in die auf 2 bis 4 nicht diametral gegenüberliegenden Radien je 1 bis 2 axial verstellbare, konische Stromstörer eingreifen, daß die Stromstörer und die Aussparungen der Rührerblätter beim Durchtritt nahezu konstante Spalte ergeben, daß die Rührerblätter mindestens bis zur maximalen Füllhöhe des Rührkessels reichen, daß auf der Rührerwelle eine Schnecke mit der Gangtiefe vom 0,05- bis 0,5fachen des Wellendurchmessers aufgebracht ist und daß um die Rührerwelle mit Schnecke ein als Wärmeaustauscher wirkender Hohlzylinder mit einem Innendurchmesser von 1,1- bis 2fachen des Rührerwellendurchmessers angeordnet ist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung von homogenen viskosen Lösungen und wird vorwiegend benutzt zur Herstellung von Polymerlösungen, die zu Folien und Membranen vergossen oder zu Fasern versponnen werden sollen.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Bekannterweise erfolgt die Herstellung von Polymerlösungen häufig in liegenden schräggestellten Rührbehältern. Das Lösungsmittelsystem wird vorgelegt und das Polymer über einen Einfüllstutzen eingetragen. Die Durchmischung erfolgt mit einem langsamrührenden Blattrührer. Da anfänglich eine Flockenbildung eintritt, erstreckt sich der Lösungsprozeß über einen relativ großen Zeitraum. Nachteile der Vorrichtung sind eine ungenügende Mischwirkung und ein ineffektiver Wärme- und Stoffaustausch.

DD-WP 74766 beschreibt eine Vorrichtung zum Mischen hochviskoser Flüssigkeiten bei Polymerisationsreaktionen mit einer Einrichtung zum Kühlen und Erwärmen. Die Vorrichtung ist für die Herstellung von homogenen Polymerlösungen ungeeignet, da ein gleichmäßiger Eintrag und eine Gleichverteilung des Polymeren im Lösungsmittelsystem nicht gewährleistet sind.

DD-WP 122 220 beschreibt eingehend eine Vorrichtung zum Mischen viskoser Medien bzw. Reaktionsgemische, wie sie bei der Homo-, Pfpf-, Co- und Pfpfocopolymerisation auftreten, um örtliche Temperatur- und Konzentrationsgradienten abzubauen. Die spezifischen Belange des Lösungsprozesses von einem Polymer in einem Lösungsmittelsystem, wie gute Benetzung des Polymeren und die sich ständig ändernden rheologischen Eigenschaften der Lösung, werden von der Rühreranordnung und -geometrie nicht berücksichtigt. Die Vorrichtung bietet nicht die Möglichkeit, die Dissipationswärme im Inneren des Behälters abzuführen. Die in FR-PS 2 305 225 dargestellte technische Lösung einer Rührwerksmühle genügt nicht den Anforderungen eines effektiven Löseprozesses von einem Polymer in einem Lösungsmittelsystem bei gleichzeitiger Temperierung. Ein weiterer Nachteil besteht darin, daß die verwendeten Behälter nur als Rührgefäße dienen und die übrigen Arbeitsfunktionen außerhalb derselben vollzogen werden.

Die DE-OS 3 428 261 und die DE-OS 2 445 287 beschreiben Vorrichtungen zum Mischen und/oder Entgasen von hochviskosen Medien, wobei ihre Hauptaufgabe im Entgasen des Rührgutes, nicht aber in der Schaffung eines temperaturhomogenen Rührgutes besteht.

In der in DE-OS 3 428 261 beschriebenen Vorrichtung wird durch die dort dargestellte Rührergeometrie mit Trennschikanen und Überlaufkonus eine Aufteilung des Rührgutes und damit eine große Oberfläche zum Zwecke des Entgasens erreicht. Diese Rührergeometrie bewirkt keine Zwangsförderung des gesamten Rührgutes in kurzen Zeitabständen durch Zonen hoher Scherung. In der DE-OS 2 445 287 wird eine Vorrichtung beschrieben, deren modifizierte Rührergeometrie es ermöglicht, hochviskose Medien schnell und homogen zu mischen und/oder zu entgasen, wobei hier der Transport des Rührgutes durch Schlepplströmung an einen bestimmten Ort in der Vorrichtung erfolgt, wo die Entgasung vorgenommen wird. Diese Vorrichtung ist nicht für den Löseprozeß geeignet, da eine Schleppl- und keine Scherströmung vorherrscht und eine gleichmäßige Scherung im gesamten Behälter nicht vorhanden ist.

Die DD 270 203 A1 beschreibt eine Vorrichtung zum extrem schnellen, kontinuierlich homogenen Mischen, intensivem Entgasen oder Eindicken von aus mehreren Komponenten bestehenden, mit oder ohne Füllstoffe legierten Kunstharzen oder anderen Kunststoffen, die ein Wärmeübertragungssystem beinhaltet, das nicht als Verdrängungskörper funktioniert und wo nur auf der Innenseite der Schnecke eine Scherung vorhanden ist.

DE-OS 2 457 001 schlägt ein Verfahren zur Herstellung von Gießlösungen vor, bei dem der Löseprozeß durch einen drehzahlgeregelten Dissolvrührer beschleunigt wird. Dissolvrührer besitzen jedoch durch die von ihnen erzeugte Strömung schlechte Wärmeübertragungswerte, es erfolgt keine intensive Erneuerung der Wandgrenzschichten. Dissolvrührer haben einen hohen Energieverbrauch, da sie erst bei hohen Drehzahlen einen effektiven Stoffaustausch gewährleisten.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, viskose Lösungen in kürzerer Zeit als bisher und in besserer Qualität herzustellen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, eine Vorrichtung zur Herstellung von viskosen Lösungen zu schaffen, die eine den Löseprozeß fördernde Intensivierung des Wärme- und Stoffaustausches gewährleistet und es gestattet, stoffhomogene Polymerlösungen herzustellen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst, durch eine Vorrichtung zur Herstellung von viskosen Lösungen, bestehend aus einem temperierbaren, verschließbaren Rührkessel mit Anschlüssen und vierblättrigen, kammförmigen Rührer, der abgerundete trapezförmige Aussparungen besitzt. In diese Aussparungen greifen auf 2 bis 4 nicht diametral gegenüberliegenden Radien je 1 bis 2 axial verstellbare, konische Stromstörer ein. Befindet sich ein Stromstörer in einer Aussparung eines Rührerblattes, ist ein nahezu konstanter Spalt vorhanden. Die Rührerblätter reichen mindestens bis zur maximalen Füllhöhe des Rührkessels. Um die Achse des Rührers ist ein als Wärmeaustauscher wirkender Hohlzylinder mit einem Innendurchmesser vom 1,1- bis 2fachen des Rührerwellendurchmessers angeordnet. Auf der Rührerwelle ist eine Schnecke mit der Gangtiefe vom 0,05- bis 0,5fachen des Wellendurchmessers angebracht. Der Antrieb des Rührers ist mit einem Drehzahlregler und einem Drehrichtungsumschalter ausgerüstet.

Bei der Herstellung von viskosen Lösungen wird das Polymer vorgelegt und das Lösungsmittel zugesetzt oder es kann auch umgekehrt verfahren werden. Die Füllhöhe des Rührkessels wird so gewählt, daß die Flüssigkeit mit der oberen Kante der Rührerblätter bündig ist oder daß die Rührerblätter aus der Flüssigkeit herausragen. Dadurch wird die gesamte Füllmenge erfaßt. Bei laufendem Rührer treten periodisch die Stromstörer durch die Aussparungen der Rührerblätter durch und bilden mit diesen nahezu konstante Spalte, in denen sich ein definiertes Schergefälle einstellt. Dabei wird das Rührgut durch die Scherung intensiv zerkleinert und zerrieben. Die spezifische Oberfläche der mit Lösungsmittel zu benetzenden Feststoffteilchen wird erhöht und die Triebkraft des Lösevorgangs bis zur Beendigung des Lösungsprozesses ständig erneuert. Eine zusätzliche radiale Vermischung und Umschichtung des Rührgutes erfolgt in den Zonen zwischen den Radien der Stromstörer. Da die Stromstörer axial verstellbar sind, ist ihre Eintauchtiefe in die Lösung und die Spaltbreite mit den Aussparungen der Rührerblätter variabel. Die auf der Rührerwelle aufgebrachte Schnecke führt zu einer axialen Zwangsführung der Lösung. Der als Wärmeaustauscher wirkende Hohlzylinder, der die Rührerwelle mit Schnecke umschließt, kann beim Lösevorgang sowohl als Heizkörper als auch zur schnellen Abführung der Dissipationswärme benutzt werden.

Zur Verhinderung örtlicher Temperaturunterschiede im Spalt zwischen Rührerwelle und Hohlzylinder ist es vorteilhaft, wenn dieser unter der Oberfläche endet.

Der Antrieb des Rührers kann mit einem handelsüblichen Motor erfolgen. Wichtig ist, daß die Drehzahl des Rührers regelbar ist und die Drehrichtung umgeschaltet werden kann. Die verstellbaren Spalte zwischen Stromstörern und den Aussparungen der Rührerblätter sowie die variable Drehzahl des Rührers erlauben die gewünschte Steuerung des Schergefälles. Der verwendete Kammrührer bewirkt eine ständige Erneuerung der Wandgrenzschichten und sichert eine gute Wärmeübertragung. Eine intensivere Erneuerung der Wandgrenzschichten zur Verbesserung der Wärmeübertragung wird erreicht durch die Anstellung der äußeren Teile der Rührerblätter um einen Winkel von 1 bis 60°. Die Anstellung der äußeren Teile der Rührerblätter und der als Wärmeaustauscher wirkende Hohlzylinder sorgen für eine gute Wärmeübertragung auch für ein Rührgut mit schlechten Wärmeleitfähigkeitseigenschaften.

Die mit einer Schnecke versehene Rührerwelle begünstigt die Wärmeübertragung ebenfalls und sorgt zusätzlich für eine starke Durchmischung. Die erfindungsgemäße Vorrichtung gestattet eine zeitabhängige Steuerung der Temperatur und des Schergefälles während des Löseprozesses. Das Funktionieren der Vorrichtung ist unabhängig von der Dimensionierung. An das zum Bau der Vorrichtung verwendete Material werden keine besonderen Anforderungen gestellt, es darf bei Einwirkung der Lösung nicht korrodieren.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist folgende Vorteile auf:

- Zwangsführung der Substanz in kurzen Zeitabständen ($\Delta t = 1/3n$, wobei n die Drehzahl des Rührers ist) durch Zonen hoher Scherung, durch die Ausbildung des Spalts wird das gesamte Rührgut jeweils gleichmäßig beansprucht,
- gute Laufruhe des Rührers bei unterschiedlicher Anzahl der Rührerblätter und der Stromstörer ohne ein gemeinsames Vielfaches,
- eine axiale Verstellung der konischen Stromstörer bietet die Möglichkeit der prozeßspezifischen Anpassung des Schergradienten während der Einfahrphase und bei Umstellung der Einsatzstoffe; die Einstellung ist abhängig von der Form und den Eigenschaften des zu lösenden Stoffes und von den Viskositätseigenschaften des Rührgutes,
- Erzeugung einer intensiven Oberflächenerneuerung als Voraussetzung für den Eintrag schlecht benetzbarer Feststoffe.

Figur 1 zeigt die Draufsicht und Figur 2 den Querschnitt von einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Dargestellt ist ein vierblättriger, kammförmiger Rührer (1) mit angestellten äußeren Teilen der Rührerblätter (7) und abgerundeten trapezförmigen Aussparungen, der verbunden ist mit der Rührerwelle (2), in einem Rührkessel, begrenzt durch die Behälterwand (4). Um die Rührerwelle (2) ist ein Hohlzylinder (6) angebracht, der einerseits Zonen geringen Schergefälles ausschließt und andererseits an der Innen- und Außenseite zur Temperierung des Mediums beiträgt. Der Rührer besitzt zwei Aussparungen in jedem Rührblatt für insgesamt sechs Stromstörer. Je zwei Stromstörer sind auf drei um 120° versetzten Radien angeordnet. Auf der Rührerwelle ist in Achsrichtung eine Schnecke (5) aufgebracht, die als Wendel auf der Rührerwelle aufgeschweißt oder als Nut in die Rührerwelle eingefräst sein kann. Damit wird eine axiale Zwangsführung erreicht, die durch Drehrichtungs- und Drehzahländerung dem Kühl- oder Heizprozeß anpaßbar ist.

Ausführungsbeispiel

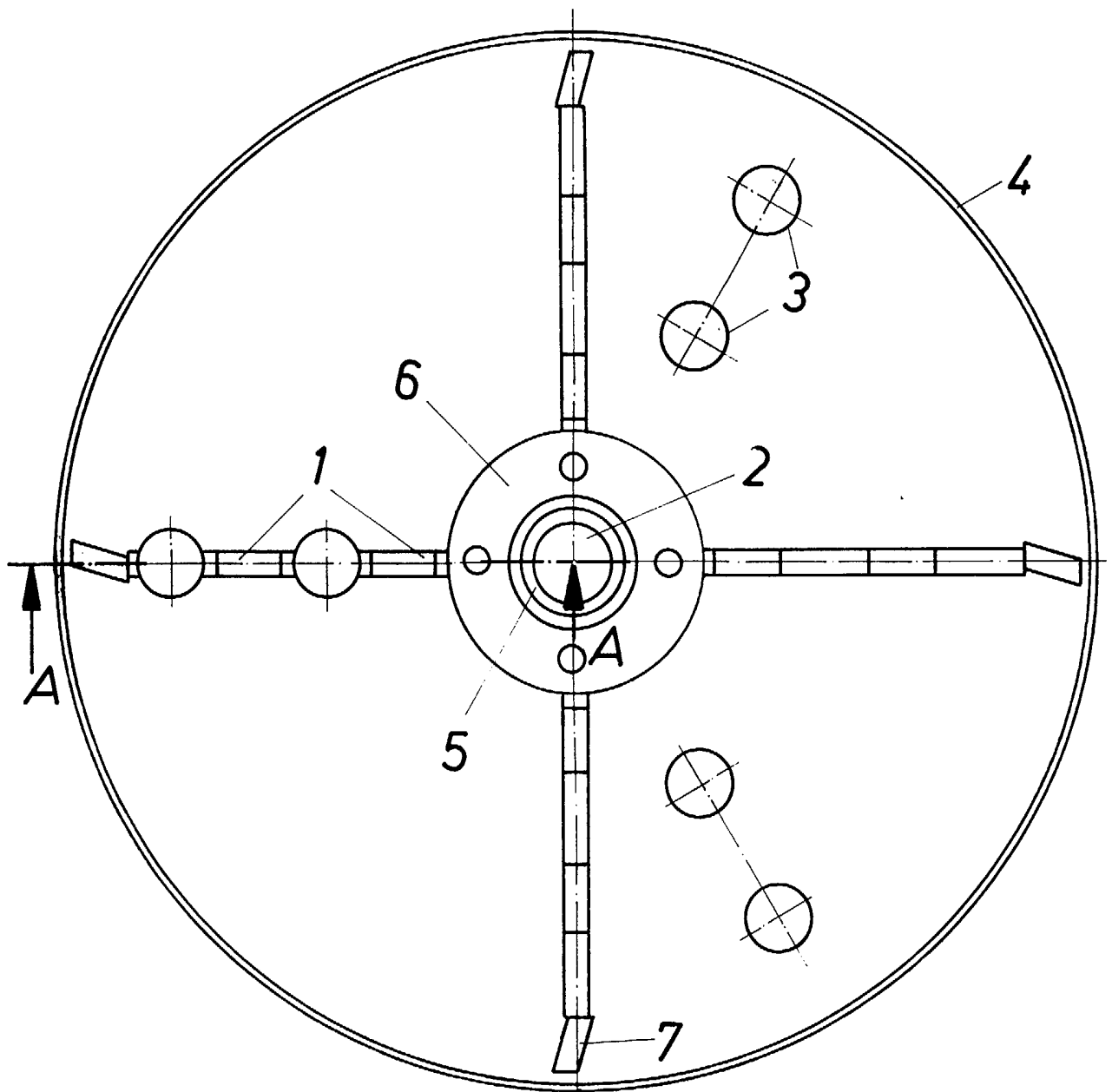
In einem zur Temperierung des Systems mit Doppelmantel versehenen verschließbaren 4-m³-Rührkessel, begrenzt durch die Behälterwand (4) mit Einfüllstutzen und Anschlüssen für Flüssigkeitszulauf, Vakuum und Kondensator, befindet sich ein vierblättriger, kammförmiger Rührer (1) mit angestellten äußeren Teilen der Rührbehälter (7). Auf der Rührerwelle (2) mit einem Durchmesser von 200 mm ist eine Schnecke (5) mit einer Gangtiefe von 40 mm angebracht. Die Schnecke wird in einem Abstand von 20 mm von einem, in die Rührerblätter eingreifenden Hohlzylinder (6) umhüllt, der als Wärmeaustauscher sowohl für

Wärmezufuhr als auch -abfuhr betreibbar ist. Jedes Rührerblatt weist zwei konische Aussparungen auf. Auf drei Rädern, die um 120° versetzt sind, sind je zwei konische Stromstörer (3) hintereinander und axial verstellbar so angebracht, daß sie bei laufendem Rührer durch die Aussparungen der Rührerblätter hindurchtreten. Bei der Herstellung einer Zellulosetriacetatlösung in Methanol/Dichlormethan wird die Ansatzmenge so gewählt, daß die Rührerblätter ca. 50 mm aus der Flüssigkeit herausragen. Die Höhe der Stromstörer wird so eingestellt, daß diese mit den Aussparungen der Rührerblätter bei Durchtritt 40 mm breite Spalte bilden. Der Rührer wird von einem Motor angetrieben, der mit einem Drehzahlregler und einem Drehrichtungsumschalter versehen ist.

Bezugszeichenliste

- | | |
|---|--------------------------------|
| 1 | kammförmiger Rührer |
| 2 | Rührerwelle |
| 3 | Stromstörer |
| 4 | Behälterwand |
| 5 | Schnecke |
| 6 | Hohlzylinder |
| 7 | äußerer Teil des Rührerblattes |

Figur 1



Figur 2
Schnitt A-A

