

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 41717

Kl. 12 o, 6

Société Rhodiaceta

Paryż, Francja

Ciągły sposób estryfikacji celulozy w fazie jednorodnej

Patent dodatkowy do patentu nr 37376

Patent trwa od dnia 3 września 1957 r.

Pierwszeństwo: 18 stycznia 1957 r. (Francja)

Patent nr 37376 dotyczy sposobu umożliwiającego przemysłowo, w sposób ciągły estryfikować celulozę w fazie jednorodnej, przy użyciu aparatu opisanego w patencie francuskim nr 932476. Według tego sposobu celulozę traktuje się w sposób ciągły czynnikami estryfikującymi w celu wytworzenia masy reakcyjnej. Masę tę przesuwają się przez cylindryczną strefę reakcyjną w kierunku punktu wyładowania, poddając ją jednocześnie ruchowi obrotowemu oraz ruchowi zwrotnemu tam i z powrotem. Czynniki estryfikujące wprowadzają się w określonych miejscach wspomnianej strefy reakcyjnej, a temperaturę reakcyjnej masy reguluje się przez wymianę ciepłą przeprowadzaną równocześnie wzdłuż osi cylindrycznej strefy reakcyjnej oraz na jej obwodzie.

Wynalazek niniejszy dotyczy ulepszenia sposobu według patentu głównego i polega zasadniczo na tym, że na masę w czasie estryfikacji

wywiera się przeciwcisnienie skierowane w kierunku przeciwnym do zasadniczego kierunku przesuwania się wspomnianej masy w cylindrycznej strefie reakcyjnej.

Wysokość tego przeciwcisnienia zależy od lepkości masy reakcyjnej, od amplitudy i częstotliwości ruchu zwrotnego tam i z powrotem, nadawanego tej masie oraz od jej ruchu obrotowego. W praktyce osiąga się bardzo dobre wyniki, stosując przeciwcisnienie w granicach 0,030 — 0,100 kg/cm², nie należy jednak wartości tych uważać za ograniczające. Wspomniane przeciwcisnienie można wywierać w najrozmaitszy sposób, na przykład za pomocą sprężonego gazu obojętnego, który wprowadza się w pobliżu otworu wyjściowego strefy reakcyjnej i który przeciwdziała ruchowi przesuwania się masy reakcyjnej w kierunku tego otworu.

Stwierdzono, że można w bardzo prosty

1 skuteczny sposób wywierać wspomniane przeciwcisnienie przepuszczając masę reakcyjną, dochodzącą do otworu wyjściowego strefy reakcyjnej, przez rurę w kształcie odwróconej litery U, zaopatrzoną w urządzenie do przerywania działania lewarującego. Dobierając odpowiednią średnicę wspomnianej rury U oraz długość jej ramienia wznoszącego się, uzyskuje się z łatwością przeciwcisnienie o pożądanej stałej wysokości.

Można by logicznie spodziewać się, że przeciwcisnienie takie, usiłujące przeciwdziałać przesuwaniu się masy reakcyjnej, wywoła w wyniku w aparacie o danych wymiarach zmniejszenie zdolności produkcyjnej estru celulozy dobrej jakości. To też było rzeczą zupełnie nieoczekiwaną gdy stwierdzono, że, jak to potwierdzają podane niżej przykłady, zdolność produkcyjna aparatu wzrosła. Wzrost produkcji osiągany w ten sposób może z łatwością wynieść 50%, a nawet 100%. Ponadto wzrost ten połączony jest z wybitną poprawą jakości wytwarzanych estrów celulozy.

Temperaturę masy reagującej reguluje się przez wymianę ciepłą przeprowadzaną równocześnie wzdłuż osi cylindrycznej strefy reakcyjnej oraz na jej obwodzie. W przypadku stosowania aparatu typu opisanego w opisie patentowym francuskim nr 932476, w którym wał zaopatrzony w skrzydełka jest wydrążony i zbiornik posiada szereg płaszczy, przepuszcza się przez wał i przez każdy z płaszczy ciecz, na przykład wodę o odpowiedniej temperaturze. Jest rzeczą pożądaną, aby skrzydełka, w które zaopatrzony jest wał, były również wydrążone i aby przez nie przechodziła ciecz regulująca temperaturę.

Podane niżej przykłady porównawcze wyjaśniają bliżej wynalazek nie ograniczając go.

Przykład I. W przykładzie tym estryfikację przeprowadza się bez wywierania przeciwcisnienia.

Stosuje się aparat przedstawiony na fig. 1, w którym wał 5, zaopatrzony w oddzielne skrzydełka 6, wykonuje równocześnie ruch tam i z powrotem oraz ruch obrotowy wewnątrz zbiornika 1, posiadającego na powierzchni wewnętrznej zęby 4. Wspomniany zbiornik 1 zaopatrzony jest w otwór wejściowy 2 i otwór wyjściowy 3 jak też przewody 11 i 12 do doprowadzania czynników estryfikujących. Wał 5 i skrzydełka 6 są wydrążone w ten sposób, że można przez nie przepuszczać wodę w celu regulowania temperatury. Zbiornik 1 jest otoczony płaszczyzami 7, 8, 9 i 10, przez które moż-

na również przepuszczać wodę o pożądanej temperaturze.

Przez otwór 2 dopuszcza się do aparatu w sposób ciągły z prędkością 150 kg na godzinę celulozę (licząc na wagę suchej celulozy), napojoną dwukrotną ilością w stosunku do jej wagi kwasu octowego, i jednocześnie z prędkością 300 litrów na godzinę kwas octowy lodowaty.

Przewodami 11 i 12 wprowadza się do aparatu równomiernie i w sposób ciągły, z prędkością 870 litrów na godzinę, mieszaninę utworzoną z:

500 części wagowych kwasu octowego lodowatego

360 części wagowych bezwodnika kwasu octowego 97% -owego

9 części wagowych kwasu siarkowego 66° Bé

W celu regulowania temperatury przepuszcza się: przez wał 5 i skrzydełka 6 wodę o temperaturze 12° C, przez płaszczy 7 wodę o temperaturze 12° C, przez płaszczy 8 wodę o temperaturze 20° C, przez płaszczy 9 wodę o temperaturze 40° C i przez płaszczy 10 wodę o temperaturze 55° C.

Masę reakcyjną wychodzącą przez otwór 3 prowadzi się do mieszalnika, w którym wywołuje się zatrzymanie acetylacji przez dodawanie z prędkością 450 litrów na godzinę mieszaniny: 60 części wagowych kwasu octowego, 40 części wagowych bezwodnika kwasu octowego, po czym hydrolizę, strącanie, przemycanie i suszenie przeprowadza się według znanych metod. Otrzymany w ten sposób octan celulozy wykazuje następujące właściwości:

Miano (kwas octowy) 54,7%

Lepkość 406 poiseów

Zdolność filtracyjna 500 cm².

Jeśli próbuje się zwiększyć wydajność aparatu, na przykład przez zwiększenie ilości celulozy, doprowadzanej przez otwór 2, do 200 kg na godzinę i zwiększenie w tym samym stosunku ilości czynników acetylujących, obserwuje się bardzo poważne obniżenie jakości otrzymywanego octanu celulozy:

Miano (kwas octowy) 54,7%

Lepkość 305 poiseów

Zdolność filtracyjna 190 cm².

Produkt taki praktycznie nie ma wartości handlowej, gdyż prawie nie nadaje się na przykład do wytwarzania sztucznych włókien lub mas plastycznych.

Przykład -II. W przykładzie tym estryfikację przeprowadza się według sposobu stosującego przeciwcisnienie.

Stosuje się aparat przedstawiony na fig. 2. Aparat ten jest analogiczny do aparatu użytego w przykładzie I. Posiada on te same części i te same wymiary, a więc i tę samą objętość użytkową.

W celu wywarcia na masę reagującą przeciwcisnienia umieszcza się otwór wyjściowy 3 w górnej części zbiornika 1 i dołącza się do niego u góry rurę 13 w kształcie odwróconej litery U. U góry rury U znajduje się króciec 14, zaopatrzony w zawór 15, służący do przerywania działania lewarującego. W procesie przeprowadzanym według niniejszego przykładu stosuje się wysokość H ramienia wznoszącego się rury U wynoszącą 50 cm, co wywołuje przeciwcisnienie około 0,070 kg/cm².

Proces prowadzi się w taki sposób jak w przykładzie I, z tym, że ilość celulozy napojonej dwukrotną ilością w stosunku do jej wagi kwasu octowego, wprowadzanej przez otwór 2, wynosi 260 kg na godzinę (licząc na wagę suchej celulozy). Jest to więc ilość większa o około 75% od ilości celulozy, którą można acetylować w dobrych warunkach, w tym samym aparacie sposobem nie stosującym przeciwcisnienia. Ilości czynników acetylujących zwiększa się również w tym samym stosunku.

Zatrzymanie acetylacji, hydrolizę, strącanie, przemycanie i suszenie przeprowadza się w tych samych warunkach co w przykładzie I.

Otrzymany octan celulozy wykazuje następujące właściwości:

Miano (kwas octowy) 54,7%

Lepkość 605 poisów

Zdolność filtracyjna 1230 cm³.

Stwierdza się w ten sposób, że zastosowanie procesu acetylacji z przeciwcisnieniem pozwala nie tylko na zwiększenie o około 75% wydajności aparatu, lecz również powoduje poważną poprawę jakości otrzymywanego octanu celulozy.

Zastrzeżenie patentowe

Ciągły sposób estryfikacji celulozy w fazie jednorodnej według patentu nr 37376, znamienny tym, że na masę reakcyjną w czasie estryfikacji wywiera się przeciwcisnienie skierowane w kierunku przeciwnym do kierunku przesuwania się wspomnianej masy w cylindrycznej przestrzeni reakcyjnej.

Société Rhodiaceta

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

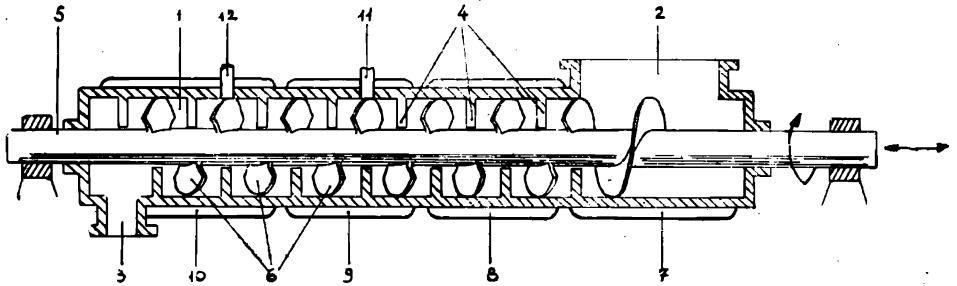


Fig. 1

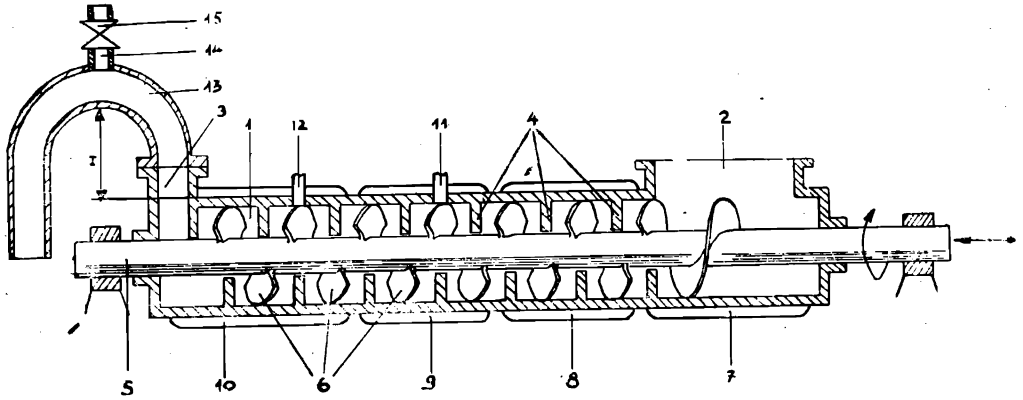


Fig. 2

BIBLIOTEKA
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej