

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

82568

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 39b⁵, 20/14

Zgłoszono: 16.05.1972 (P. 155409)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 20/14

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 25.11.1975

CZYTELNIJA

Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Krzysztof Stasiak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka Instytut Techniki Ciepłej
i Chłodnictwa, Łódź (Polska)

Urządzenie do polikondensacji kaprolaktamu

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do polikondensacji kaprolaktamu działającego w sposób ciągły.

Znane urządzenia do polimeryzacji kaprolaktamu o ciągłym działaniu to rura Z i rura Fischera, w których polikondensacja przebiega bezciśnieniowo. Stop kaprolaktamu z 1–10% wody wraz ze stabilizatorem, na przykład kwasem octowym i pigmentem dozuje się do aparatu w temperaturze 85–95°C. Urządzenie polimeryzacyjne służy tu jednocześnie do podgrzania masy reakcyjnej do temperatury początku reakcji, w związku z czym proces podgrzewania przebiega w warunkach dyfuzyjnej wymiany ciepła. Proces polikondensacji w znanych urządzeniach prowadzony jest w temperaturze 220–280°C w czasie 16–24 godzin. Bezciśnieniowy proces polikondensacji w wysokiej temperaturze powoduje wydzielanie się wody ze środowiska reakcji wpływające na opóźnienie procesu polikondensacji a tym samym na obniżenie wydajności. Ponadto występuje zjawisko przenikania się nawzajem strumieniem monomeru i masy częściowo już spolimeryzowanej wpływające na obniżenie jakości produktu końcowego.

Znane są także reaktory do ciągłej polikondensacji prowadzonej pod ciśnieniem, do których wprowadza się mieszaninę kaprolaktamu i stabilizatora z małą ilością wody 0,4–0,6%. Przebieg reakcji polikondensacji w tym urządzeniu odbywa się w temperaturze 220–280°C przy ciśnieniu 25 atm w czasie 16–24 godzin. Urządzenia te pozwalają na podwyższenie jakości polikondensacji kaprolaktamu, jednakże mała zawartość wody w pierwszym etapie i nadmierna jej zawartość w końcowym etapie obniżają znacznie wydajność procesu polikondensacji.

Celem wynalazku jest urządzenie do polikondensacji kaprolaktamu zmniejszające wady urządzeń znanych.

Zadanie techniczne wytyczone dla osiągnięcia tego celu zostało rozwiązane zgodnie z wynalazkiem w ten sposób, że urządzenie zostało zbudowane z wymiennika ciepła wyposażonego w spiralną wężownicę, hydrolizator i reaktor połączonych przewodem, przez który przepływa mieszanina reakcyjna, przy czym przewód ten łączący reaktor z wymiennikiem ciepła poprzez hydrolizator zakończony jest u swego wylotu w regulacyjny dławiący zawór umieszczony nad wężownicą zewnętrzną umieszczoną z kolei nad lustrem cieczy w reaktorze.

Zastosowanie w reaktorze urządzenia według wynalazku wężownicy zewnętrznej zapewnia dokładne i szybkie odparowanie wody po wstępnej polimeryzacji bez spadku temperatury co zapewnia uzyskanie zwiększonego stopnia polimeryzacji, zwiększenie jednorodności produktu i skrócenie czasu polikondensacji do 3,5 godzin.

Przedmiot wynalazku uwidoczniony jest na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia urządzenie w przekroju wzdłużnym, a fig. 2 szczegół urządzenia A uwidoczniony na fig. 1.

Urządzenie do polikondensacji kaprolaktamu według wynalazku zostało zbudowane z trzech oddzielnych, połączonych ze sobą przewodami, aparatów: jednorurowego wymiennika ciepła zapewniającego szybkie podgrzanie substratów, hydrolizatora prowadzącego wstępną polimeryzację oraz reaktora do prowadzenia procesu polikondensacji.

Wymiennik 1 posiada wężownicę spiralną 2, w której podgrzany jest kaprolaktam. W przestrzeni międzyrurowej wymiennika 1 znajduje się czynnik grzejny, na przykład pary dowthermu. Wylot spiralnej wężownicy 2 doprowadzony jest do hydrolizatora 3, o takiej objętości, by średni czas przebywania reagentów wynosił 5–30 minut. Hydrolizator 3 jest termostatowany i jest połączony z reaktorem 4 za pomocą przewodu 5 doprowadzającego powstały w hydrolizatorze 3 polikaproamid do reaktora 4. U wylotu przewodu 5 umieszczony jest regulacyjny dławiący zawór 6 regulujący w sposób ciągły ilość wypływającego polikaproamidu. Pod dławiącym zaworem 6, ponad lustrem cieczy reakcyjnej, znajduje się warkawik zewnętrzny 7 ogrzewany na przykład parami dowthermu. W pokrywie reaktora 4 umieszczony jest króciec 8 do odprowadzania par wody. Środkową część reaktora 4 stanowi homogenizator 9 zaopatrzony w wypełnik homogenizatora 10 tworzący ze ścianą polimeryzatora szczelinę 11, przez którą przepływa mieszanina reakcyjna. Reaktor 4 zakończony jest króćcem 12, przez który przelatuje gotowy poliamid. Ponadto cały reaktor 4 jest otoczony płaszczem grzejnym 13.

Mieszaninę reakcyjną złożoną z kaprolaktamu, 2–10% wagowych wody, stabilizatora i pigmentu wprowadza się do spiralnej wężownicy 2 i podgrzewa do temperatury 250–300°C, stosując jednocześnie ciśnienie 8–30 kG/cm². Podgrzana mieszanina doprowadzona zostaje do hydrolizatora 3, w którym następuje proces wstępnej polimeryzacji w czasie 5–30 minut, po czym powstały polikaproamid odprowadzany jest do reaktora 4 przewodem 5 zakończonym dławiącym zaworem 6, który na skutek dławienia powoduje spadek ciśnienia mieszaniny do ciśnienia atmosferycznego. Jednocześnie zawór 6 przez regulację ilości wypływającej masy reakcyjnej zapewnia stałe warunki wymiany ciepła. Ubytek ciepła spowodowany odparowaniem wody jest intensywnie uzupełniany na powierzchni warkawika 7, po której spływa polikaproamid w postaci cienkiej warstwy, tak zwanego filmu cieczy. Opary odprowadzane są króćcem 8. Taki sposób podgrzewania zapewnia utrzymanie stałej temperatury procesu polikondensacji wpływający na podwyższenie jakości produktu.

Polikaproamid przepływa następnie do homogenizatora 9 ulegając dalszej polikondensacji. W homogenizatorze 9 następuje ujednoludnienie długości łańcuchów polimeru za pomocą działania sił styrczych w szczelinie 11. W dolnej części polimeryzatora następuje dokończenie procesu polikondensacji oraz klarowanie się masy, która wytłaczana zostaje króćcem 12 na zewnątrz reaktora 4.

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do polikondensacji kaprolaktamu złożone z wymiennika ciepła, hydrolizatora i reaktora, z n a m i e n n e t y m, że przewód (5) łączący wymiennik ciepła (1) wyposażony w spiralną wężownicę (2), przez hydrolizator (3) z reaktorem (4) jest zaopatrzony u swego wylotu w regulacyjny dławiący zawór (6) umieszczony nad zewnętrznym warkawikiem (7) znajdującym się nad lustrem cieczy w reaktorze (4).

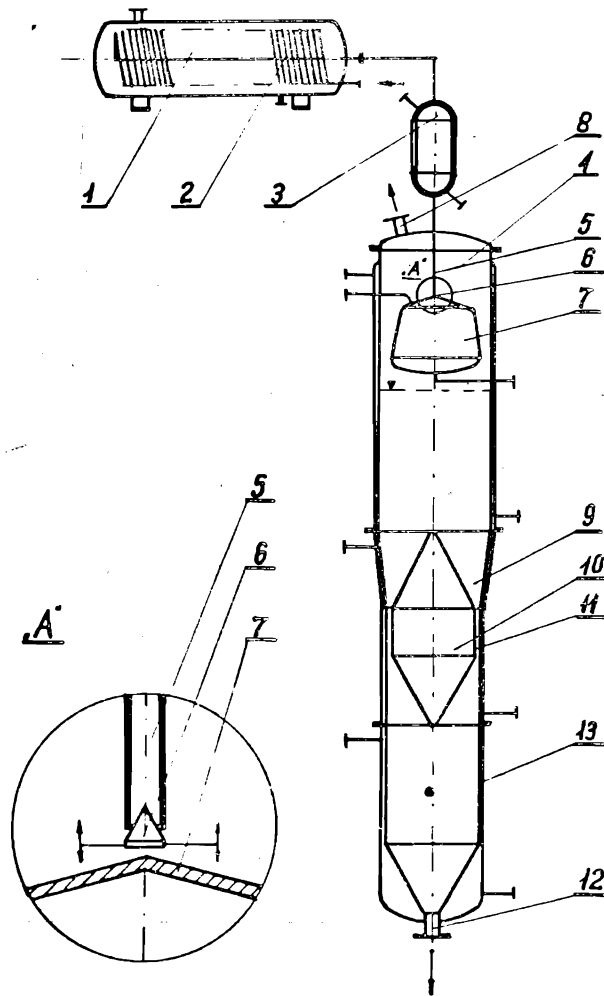


fig. 2

fig. 1.