



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

ISSN 0433-6461

(11)

160 524

Int.Cl.³

3(51) B 01 D 1/22

C 08 F 6/10

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP B 01 D/ 2277 808

(22) 20.02.81

(45) 31.08.83

(71) siehe (72)

(72) FABER, KLAUS; GOMMERT, ERICH; HILDEBRANDT, KLAUS, DIPL.-ING.; WICHMANN, HERBERT; DD;
HOPF, HORST; DD;

(73) siehe (72)

(74) RAINER DIEZ, VEB CHEMIEANLAGENBAU, BFS, 5211 RUDISLEBEN, PSF 213 U. 214

(54) **THERMISCHES TRENNVERFAHREN UND ROTATIONSDUENN SCHICHTVERDAMPFER ZUR ENTMONOMERISIERUNG VON POLYMERLÖSUNGEN**

(57) Die Erfindung betrifft ein thermisches Trennverfahren und einen Rotationsdünn schichtverdampfer für die Entmonomerisierung von Polymerlösungen mittlerer Viskosität, insbesondere von Polyacrylnitril, und sie bezieht sich auf das Gebiet der thermischen Stofftrennung. Nach dem Ziel der Erfindung soll bei normaler Zusammensetzung der Roh-Polymerlösung eine aufkonzentrierte Polymerlösung mit geringem Monomergehalt bei erwünschtem Lösungsmittelgehalt ohne hohen Energieaufwand gewährleistet werden. Es steht hierbei die Aufgabe, die thermische Abtreibung der Monomeren und eines Teiles des Lösungsmittels in festgelegten Entmonomerisierungszonen innerhalb des Verdampfungsraumes eines Rotationsdünn schichtverdampfers so vorzunehmen, daß eine verbesserte Trennung genannter Komponenten vom Polymeren gegeben ist. Nach der Erfindung sind die Entmonomerisierungszonen genau charakterisiert. Ein Teil des abgetriebenen lösungsmittelreichen Brüdens wird innerhalb der unteren Entmonomerisierungszone mit turbulenter Strömung erst abwärts und dann aufwärts geführt. Der zum Einsatz kommende Rotationsdünn schichtverdampfer besitzt besonders gestaltete Wischer und spezielle Einbauten. Fig. 1

TITEL DER ERFINDUNG

Thermisches Trennverfahren und Rotationsdünnschichtverdampfer zur Entmonomerisierung von Polymerlösungen

ANWENDUNGSGEBIET DER ERFINDUNG

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und einen Rotationsdünnschichtverdampfer zur Entmonomerisierung von Polymerlösungen mittlerer Viskosität, insbesondere von Polyacrylnitril.

CHARAKTERISTIK DER BEKANNTEN TECHNISCHEN LÖSUNGEN

Es ist bekannt, daß Polymerlösungen meist Drei-Stoff-Gemische sind, die sich im wesentlichen aus Polymeren, Monomeren und Lösungsmittel zusammensetzen.

Ihre Entmonomerisierung wird durch thermische Trennverfahren vorzugsweise mit Hilfe von Rotationsdünnschichtverdampfern durchgeführt, da sich in Rotationsdünnschichtverdampfern derartige mittelviskose und thermisch instabile Lösungen gut behandeln lassen.

Die am oberen Ende des Verdampfungsraumes aufgegebene Roh-Polymerlösung wird mechanisch auf die Wärmeübertragungsfläche gleichmäßig verteilt, wo sie dann als dünner Film abwärts fließt. Hierbei entsteht durch Verdampfung zunächst ein sehr

monomerreicher und lösungsmittelarmer Brüden. Mit der raschen Absenkung des Monomergehaltes im Film nimmt die Menge des verdampften Lösungsmittels zu, so daß nun ein lösungsmittelreicher und monomerarmer Bräuen entsteht. Die Brüden strömen sofort nach oben und werden am Kopf des Rotationsdünnschichtverdampfers abgezogen.

Durch die Entmonomerisierung soll die am Sumpfteil des Rotationsdünnschichtverdampfers abfließende eingedickte Polymerlösung weitestgehend frei von Monomeren sein und dabei eine bestimmte, in engen Grenzen zu haltende Viskosität besitzen, d. h., daß sie noch eine bestimmte Menge Lösungsmittel enthalten muß.

Bei den bekannten Verfahren ist es nicht möglich, bei minimalem Energieaufwand eine maximale Monomerverdampfung mit der angestrebten Endviskosität der Polymerlösung in Einklang zu bringen.

Bei einer besonderen Verfahrensvariante wird der Polymerlösung Lösungsmittel im Überschuß zugesetzt, so daß eine größere Lösungsmittelmenge destilliert werden muß und dabei mehr Monomeres mit ausgetrieben wird. Es ist hierbei jedoch ein erhöhter Energie- und Apparatenaufwand notwendig.

Es sind eine Vielzahl von Rotationsdünnschichtverdampfern bekannt, in welchen mittelviskose und thermisch instabile Produkte behandelt werden. Insbesondere bei der Entmonomerisierung von Polymerlösungen kommt es darauf an, daß eine hohe Turbulenz der Gas- bzw. Flüssigkeitsphase erzielt wird. Zur Erhöhung der Flüssigkeitsturbulenz sind die starren bzw. beweglichen Wischer der Rotoren der Rotationsdünnschichtverdampfer speziell ausgeführt oder mit besonderen Elementen versehen (z. B. DD-PS Nr. 34824; 85055; 137883; SU-UHS Nr. 656634; 724148; DE-OS Nr. 1595070; 2011493) und zur Verbesserung der Gasturbulenz mit horizontalen Einbauten bestückt (z. B. HU-PS Nr. 152480; DD-PS Nr. 121602). Es sind aus der Praxis auch Rotationsdünnschichtverdampfer bekannt, die am unteren Ende des Verdampfungsraumes eine Zuführungsöffnung für ein Gas besitzen, das zur Partialdruckabsenkung einer bestimmten Komponente dient, so daß hierdurch zwar ein besserer Trenneffekt erzielt wird, jedoch gleichfalls ein erhöhter Energie- und Investi-

tionsaufwand erforderlich ist.

Die bekannten Rotationsdünnschichtverdampfer haben den Nachteil, daß es nicht möglich ist, mit geringem Energieaufwand einen hohen Grad der Entmonomerisierung bei gleichzeitiger Einhaltung der Viskositätsgrenzen der aufkonzentrierten Polymerlösung zu erzielen.

ZIEL DER ERFINDUNG

Die Erfindung hat das Ziel, ein Verfahren und einen Rotationsdünnschichtverdampfer für die Entmonomerisierung von Polymerlösungen mittlerer Viskosität, insbesondere von Polyacrylnitril, zu schaffen, das bzw. der bei normaler Zusammensetzung der Roh-Polymerlösung eine aufkonzentrierte Polymerlösung mit geringem Monomergehalt bei erwünschtem Lösungsmittelgehalt ohne hohen Energieaufwand gewährleistet.

WESEN DER ERFINDUNG

Es steht hierbei die Aufgabe, die thermische Abtreibung der Monomeren und eines Teiles des Lösungsmittels in festgelegten Entmonomerisierungszonen innerhalb des Verdampfungsraumes eines Rotationsdünnschichtverdampfers so vorzunehmen, daß eine verbesserte Trennung genannter Komponenten von Polymeren gegeben ist und den Rotationsdünnschichtverdampfer dementsprechend zu gestalten.

Die Aufgabe wird bei dem Verfahren dadurch gelöst, daß der monomerreiche und lösungsmittelarme Brüden etwa im oberen Drittel des Verdampfungsraumes des Rotationsdünnschichtverdampfers in einer ersten Entmonomerisierungszone abgetrieben wird und die Abtreibung des lösungsmittelreichen Brüdens in den übrigen zwei Dritteln des Verdampfungsraumes in einer zweiten Entmonomerisierungszone erfolgt. Ein Teil des abgetriebenen lösungsmittelreichen Brüdens wird innerhalb der zweiten Ent-

monomerisierungszone mit turbulenter Strömung erst abwärts bis zum Sumpf des Rotationsdünnschichtverdampfers und dann aufwärts bis zur Mischung mit dem monomerreichen und lösungsmittelarmen Brüdensdampf zwangsgeführt.

Der erfindungsgemäße Rotationsdünnschichtverdampfer, in dessen senkrechtem, heizbaren Zylindermantel ein Rotor mit beweglichen Wischern eingebaut ist, besitzt Wischer, die eine Flachverzahnung mit intermittierender Wischerzahnfolge haben. Vorteilhafterweise beträgt die auf der inneren beheizten Mantelfläche schleifende Wischerlänge 40 - 45 % der gesamten Wischerlänge.

Ungefähr in den unteren zwei Dritteln des Verdampfungsraumes des Rotationsdünnschichtverdampfers sind an dem Rotor axiale Leitbleche angebracht, die Kanäle begrenzen. Ein Teil der Kanäle ist in wechselnder Folge oben durch radiale Abdeckbleche weitestgehend verschlossen. Der Rotor ist mit - eine erhöhte Turbulenz des Brüdens bewirkende - Umlenkblechen versehen, die am Umfang des Rotors gleichmäßig verteilt sind.

Die Umlenkbleche erstrecken sich zweckmäßigerweise über die gesamte Länge des Verdampfungsraumes und sie sind in den, den Brüden aufwärtsführenden Kanälen gegenüber den, den Brüden abwärtsführenden Kanälen kürzer ausgeführt, damit für die erhöhte Brüdenmenge der entsprechende freie Strömungsquerschnitt vorhanden ist.

AUSFÜHRUNGSBEISPIEL

Das erfindungsgemäße Verfahren und der erfindungsgemäße Rotationsdünnschichtverdampfer sollen an je einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Die dazugehörige Zeichnung zeigt in

Fig. 1: eine Prinzipdarstellung der Entmonomerisierungszonen des Rotationsdünnschichtverdampfers (ohne Wischer),

Fig. 2: den Schnitt Z-Z aus Fig. 1,

Fig. 3: die Wischerfolge in einer Etage des Rotationsdünnschichtverdampfers.

1. Beispiel

Die zu behandelnden Polymerlösungen bestehen meist aus drei Komponenten, nämlich dem Polymeren, dem Monomeren und dem Lösungsmittel.

Bei der thermischen Entmonomerisierung solcher Lösungen, z. B. Polyacrylnitril, im Rotationsdünnschichtverdampfer kommt es darauf an, die Monomeren möglichst vollständig unter gleichzeitiger Verdampfung einer definierten Menge des Lösungsmittels aus der Polymerlösung zu entfernen.

Von den drei Komponenten sind die Monomeren die Leichtsieder, deshalb wird die größte Menge davon bereits kurz nach Eintritt der Roh-Polymerlösung in den Verdampfungsraum des Rotationsdünnschichtverdampfers in einer ersten Entmonomerisierungszone bei gleichzeitiger geringer Lösungsmittelverdampfung - das ist bei einer Polyacrylnitrillösung beispielsweise Dimethylformamid - ausgetrieben. In die erste Entmonomerisierungszone, die ein Drittel des Verdampfungsraumes ausmacht, werden vorteilhafterweise radiale Brüdenschikanen eingebaut, um eine Turbulenzerhöhung des entstehenden Brüdens und seine Umlenkung vom Inneren des Verdampfungsraumes zur Filmoberfläche zu erreichen. Unterhalb der ersten Entmonomerisierungszone wird in einer zweiten Entmonomerisierungszone, die zwei Drittel des Verdampfungsraumes ausmacht, das Lösungsmittel stärker verdampft. Das verdampfte Lösungsmittel wird als Triebkraft für die Extraktion der Restmonomeren und als deren Schleppmittel aus der turbulenten Flüssigkeitsschicht eingesetzt.

Es wird deshalb der lösungsmittelreiche Brüden möglichst lange und oft mit der Flüssigkeitsschicht in Kontakt gehalten. Man läßt einen Teil des abgetriebenen lösungsmittelreichen Brüdens nicht sofort nach oben abströmen, sondern leitet ihn nach unten bis zum Sumpf und von da wieder aufwärts bis in die erste Entmonomerisierungszone. Hierbei wird der Brüden immer in turbulenter Strömung gehalten.

Durch dieses Verfahren ist gewährleistet, daß eine Polymerlö-

sung mit geringem Monomergehalt bei definiertem Lösungsmittelgehalt ohne hohen Energieaufwand gewonnen werden kann.

2. Beispiel

Der zur Anwendung kommende erfindungsgemäße Rotationsdünnschichtverdampfer besteht im wesentlichen aus einem senkrechten, heizbaren Zylindermantel 1, in dessen Innerem sich ein Rotor 2 mit beweglichen Wischern 3 befindet, deren äußere Kante auf der Innenwand des Zylindermantels 1 schleifen. Je nach ihrer Masse, der Rotordrehzahl und ihrem Anstellwinkel üben die Wischer 3 einen bestimmten Anpreßdruck auf die Innenwand des Zylindermantels 1 aus.

Wird Roh-Polymerlösung in den Rotationsdünnschichtverdampfer eingespeist und gleichmäßig auf die Innenwand des Zylindermantels 1 verteilt, wird sie dort von den Wischern 3 ergriffen und durch deren Anpreßdruck teilweise zu einem dünnen Film verstrichen bzw. teilweise als Bugwelle weiterbewegt.

Der Film bewegt sich durch die Schwerkraft abwärts. Beschleunigt wird diese Abwärtsbewegung normalerweise durch die vor den Wischern 3 gebildete Bugwelle. Die Wischer 3 besitzen jedoch eine Flachverzahnung mit intermittierender Wischerfolge (siehe Figur 3), wodurch sie die Bugwelle brechen und gleichzeitig den Film aufreißen. Durch Aussparungen in den Wischern 3 "rutscht" ein Teil der Bugwelle hindurch. Von den Kanten der folgenden Wischer 3 wird dieser "durchgerutschte" Teil der Bugwelle wieder teilweise zum Film geglättet bzw. teilweise zu einer neuen Bugwelle geformt.

Die auf der Innenwand des Zylindermantels 1 bzw. auf dem Film schleifende Wischerlänge beträgt ca. 40 % der gesamten Wischerlänge.

Am Rotor 2 sind mehrere axiale Leitbleche 4 angebracht, die sich - von unten her gesehen - über zwei Drittel des Verdampfungsraumes 5 des Rotationsdünnschichtverdampfers erstrecken (siehe Figur 1). Diese Leitbleche 4 begrenzen somit seitlich Kanäle 6. Ein Teil der Kanäle 6 ist in wechselnder Folge oben durch radiale Abdeckbleche 7 weitestgehend verschlossen (siehe Figur 2). Bedingt durch die Länge der Leitbleche 4 und der

festgelegten Einbauhöhe der Abdeckbleche 7 ist der Verdampfungsraum 5 in die zwei Entmonomerisierungszonen aufgeteilt. Zur ständigen Heranführung des Brüdens aus dem Inneren des Verdampfungsraumes 5 an die bewegte Filmoberfläche ist der Rotor 2 noch mit Umlenkblechen 8 ausgerüstet, welche gleichmäßig am Rotor 2 verteilt sind.

Der in der unteren Entmonomerisierungszone entstehende Brüden kann durch die installierten Abdeckbleche 7 teilweise nicht nach oben entweichen und dieser Teil erhält eine Zwangsströmung abwärts innerhalb der Kanäle 6a.

Dabei wird er in diesen Kanälen 6a mehrfach durch die Umlenkbleche 8 unmittelbar zur Film- bzw. Bugwellenoberfläche geführt. Die dabei erzielte hohe Turbulenz des Brüdens führt durch die gleichzeitig erhöhte Turbulenz der Polymerlösung zu einem hohen Erneuerungsgrad der Phasengrenzflächen und damit zu einer besseren "Ausquetschung" der Polymerlösung von Monomeren. Der abwärtsgeführte Brüden wird am unteren Rotorende umgelenkt und durch die anderen Kanäle 6b in die obere Entmonomerisierungszone geleitet, von wo er dann den Verdampfungsraum 5 gemeinsam mit dem monomerreichen Brüden verläßt. Zweckmäßigerweise sind die Umlenkbleche 8 in den, den Brüden aufwärtsführenden Kanälen 6b gegenüber den, den Brüden abwärtsführenden Kanälen 6a kürzer ausgeführt, damit für die erhöhte Brüdenmenge der entsprechende freie Strömungsquerschnitt vorhanden ist.

Der erfindungsgemäße Rotationsdünnschichtverdampfer kann gegenüber anderen vergleichbaren Apparaten eine größere Polymerlösungsmenge mit geringem Energieverbrauch verarbeiten und trotzdem ein monomerarmes Endprodukt bei Einhaltung der Viskositätsgrenzen gewährleisten.

ERFINDUNGSANSPRUCH

1. Verfahren zur Entmonomerisierung von Polymerlösungen, insbesondere von Polyacrylnitril, unter Verwendung eines Rotationsdünnsschichtverdampfers, in dessen Verdampfungsraum erst ein monomerreicher und lösungsmittelarmer Brüden und dann ein lösungsmittelreicher Brüden abgetrieben wird, gekennzeichnet dadurch, daß die Abtreibung des monomerreichen und lösungsmittelarmen Brüdens ungefähr im oberen Drittel des Verdampfungsraumes in einer ersten Entmonomerisierungszone und die Abtreibung des lösungsmittelreichen Brüdens in den übrigen zwei Dritteln des Verdampfungsraumes in einer zweiten Entmonomerisierungszone erfolgt, wobei ein Teil des abgetriebenen lösungsmittelreichen Brüdens innerhalb der zweiten Entmonomerisierungszone mit turbulenter Strömung erst abwärts bis zum Sumpf und dann aufwärts bis zur Mischung mit dem monomerreichen Brüden zwangsgeführt wird.
2. Rotationsdünnsschichtverdampfer zur Entmonomerisierung von Polymerlösungen, insbesondere von Polyacrylnitril, bestehend aus einem senkrechten, heizbaren Zylindermantel mit Rotor, der mit beweglichen Wischern ausgerüstet ist, gekennzeichnet dadurch, daß die Wischer (3) eine Flachverzahnung mit intermittierender Wischerzahnfolge besitzen und ungefähr in den unteren zwei Dritteln des Verdampfungsraumes (5) an dem Rotor (2) axiale, Kanäle (6) begrenzende Leitbleche (4) angebracht sind, wobei in wechselnder Folge ein Teil der Kanäle (6) oben durch radiale Abdeckbleche (7) weitestgehend verschlossen ist und sich am Rotor (2) eine erhöhte Turbulenz des Brüdens bewirkende Umlenkbleche (8) befinden.
3. Rotationsdünnsschichtverdampfer nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die auf der inneren beheizten Mantelfläche schleifende Wischerlänge 40 - 45 % der gesamten Wischerlänge beträgt.

4. Rotationsdünnschichtverdampfer nach Punkt 2 oder 3, gekennzeichnet dadurch, daß sich die Umlenkbleche (8) über die gesamte Länge des Verdampfungsraumes (5) erstrecken.
5. Rotationsdünnschichtverdampfer nach einem der Punkte 2 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Umlenkbleche (8) in den, den Brüden aufwärtsführenden Kanälen (6b) gegenüber den, den Brüden abwärtsführenden Kanälen (6a) kürzer ausgeführt sind.

Hierzu 1 Seiten Zeichnungen

Fig. 1

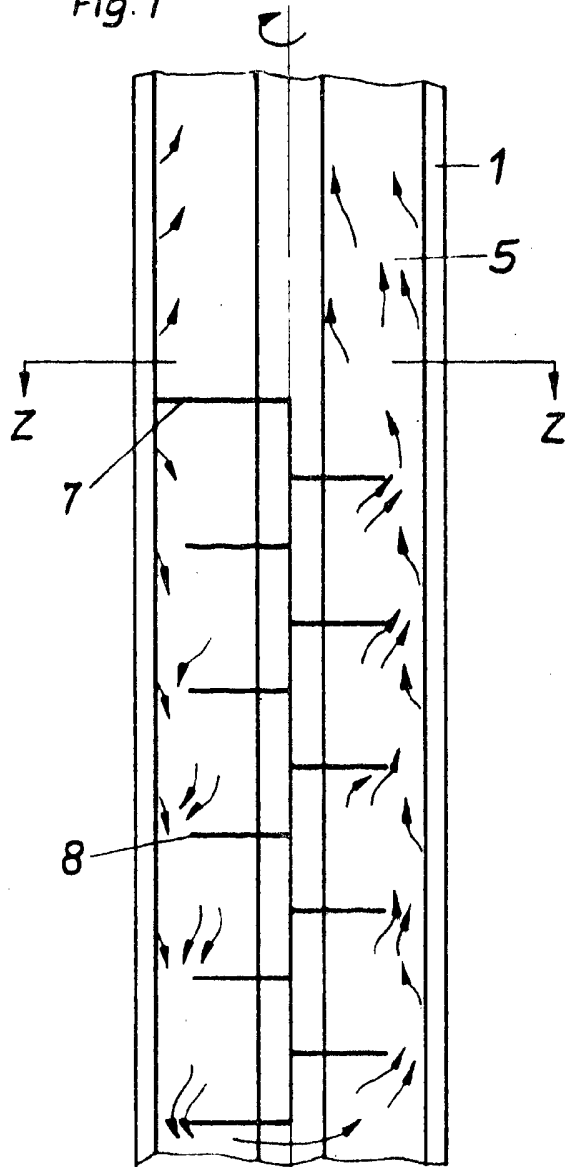


Fig. 3

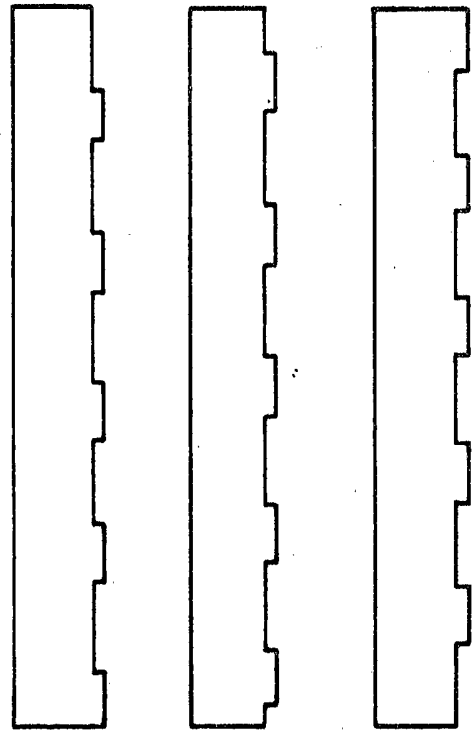


Fig. 2

