



ORAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

198247
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 08 F 114/06
C 08 F 8/10

[22] Přihlášeno 08 07 77
[21] (PV 4568-77)

[32] [31] [33] Právo přednosti od 14 07 76
[705240] Spojené státy americké

[40] Zveřejněno 31 08 79

[45] Vydáno 15 05 83

(72)

Autor vynálezu

KUHN LEROY BENJAMIN, EASTON
a WEI CHUNG HWEI, WILMINGTON (Sp. st. a.)

(73)

Majitel patentu

STAUFFER CHEMICAL COMPANY, WESTPORT (Sp. st. a.)

(54) Způsob oddělování monomerního vinylchloridu z vodné směsi obsahující polyvinylchloridovou pryskyřici

1

Vynález se týká zlepšeného způsobu odstraňování zbytkového monomerního vinylchloridu z vodných směsí obsahujících polyvinylchloridovou pryskyřici.

Polyvinylchlorid se přednostně vyrábí polymerací vinylchloridu ve vodné emulsi nebo suspensi. Vodná směs obsahující pryskyřici, která se získává z polymeračního reaktoru, obvykle obsahuje asi 10 až 60 hmot. % polyvinylchloridu a asi 0,5 až asi 10 hmot. % zbytkového monomerního vinylchloridu. Monomerní vinylchlorid má tendenci zůstat v polymeru až do jeho zpracovávání a uvolňuje se při sušení nebo při zahřívání pryskyřice během zpracování.

Hlavní část monomerního vinylchloridu se může z polyvinylchloridu odstranit během sušení. Přitom se však monomerní vinylchlorid ztrácí spolu s plyny odcházejícími ze sušárny, což zvyšuje výrobní cenu polyvinylchloridu. Kromě toho může monomerní vinylchlorid obsažený v plynech ze sušárny znečišťovat okolí v blízkosti sušárny.

Aby se zlepšila účinnost využití vinylchloridu při výrobě polyvinylchloridu a aby se snížilo množství vinylchloridu odcházejícího do okolí, byly podniknuty pokusy snížit koncentraci monomerního vinylchloridu ve vodné pryskyřičné směsi před zpracováním.

2

Již bylo navrženo oddělování monomeru z polyvinylchloridu tím, že se uvolní tlak v reaktoru obsahujícím vodnou pryskyřičnou směs a vinylchlorid se oddestiluje nebo tím, že se vinylchlorid oddestiluje s vodní párou. Tyto metody nejsou průmyslově využitelné, když tvoří vodnou pryskyřičnou směs latexu, poněvadž latexy pění a obtížně se u nich dosahuje nízké koncentrace monomerního vinylchloridu. I u pryskyřičných směsí typu suspence je obtížné dosáhnout nízké koncentrace monomerního vinylchloridu ve vodné pryskyřičné směsi.

Patent USA č. 3 052 663 uvádí způsob oddělování nezreagovaného monomerního vinylchloridu z polyvinylchloridového latexu, který spočívá v tom, že se latex uvede do styku s alifatickým uhlovodíkem. Postup vyžaduje mnoho obtížných kontaktních a filtračních stupňů pro oddělení polyvinylchloridu od uhlovodíkové fáze. Tento postup by nebyl vhodný pro pryskyřice, které se mají rozprašovací sušením vysušit na bílý práškovitý produkt, skládající se z částic o malé velikosti.

Polský patent č. 56 169 uvádí, že lze monomer z latexu odstranit a pění potlačit tak, že se polyvinylchlorid vede po na-

kloněném povrchu s měnícím se sklonem. V uvedeném patentu není uvedeno množství monomerního vinylchloridu, které zůstane v latexu.

Vynález se týká účinného způsobu odstraňování monomerního vinylchloridu z vodných pryskyřičných směsí obsahujících polyvinylchlorid. Při způsobu podle vynálezu je při odstraňování monomerního vinylchloridu a polyvinylchloridových latexů omezeno pění při teplotě vyšší, než je teplota okolí, a nižší, než je teplota, při které je vodná směs obsahující pryskyřici zvýšenou teplotou nepříznivě ovlivněna, a při tlaku od 338 Pa do 81,2 kPa přes povrch vibrující při frekvenci pod 6000 cyklů/min.

Předmětem vynálezu je způsob oddělování monomerního vinylchloridu z vodné směsi obsahující polyvinylchloridovou pryskyřici, vyznačený tím, že se vodná pryskyřičná směs vede při teplotě vyšší, než je teplota okolí, a nižší, než je teplota, při které je vodná směs obsahující pryskyřici zvýšenou teplotou nepříznivě ovlivněna, a při tlaku od 338 Pa do 81,2 kPa přes povrch vibrující při frekvenci pod 6000 cyklů/min.

Není nutno používat nejnižších tlaků, ale snížený tlak zajišťuje rychlejší odstranění monomerního vinylchloridu.

Zahřívání latexu napomáhá rychlému odstraňování monomerního vinylchloridu z vodné polyvinylchloridové pryskyřičné směsi. Vhodná je teplota v rozmezí asi od 43 do 82 °C. Vhodná výše teploty závisí na emulgačním činidle, koncentraci a složení latexu nebo na suspensním činidle, koncentraci a velikosti částic pryskyřice. Obecně se při vyšší teplotě odstraňuje monomerní vinylchlorid rychleji. Užitečné jsou teploty až do hodnoty, při které se zhoršují vlastnosti vodné pryskyřičné směsi do takového stupně, že jsou nevhodné pro zamýšlené použití.

Obr. 1 znázorňuje vibrační zařízení používané v příkladech 1 až 8,

obr. 2 vlnitý povrch používaný v příkladech 1 až 8 a

obr. 3 schéma postupu výroby v zařízení používaném v příkladech 1 až 8.

Pod pojmem polyvinylchlorid se rozumí polymery a kopolymery vinylchloridu, ve kterých alespoň 70 % jednotek tvoří jednotky vinylchloridu. Do rozsahu vynálezu tedy spadají polyvinylchloridy, ve kterých je až asi do 30 % vinylchloridu nahrazeno jinými monomery.

Pod označením vodná pryskyřičná směs nebo vodná směs obsahující polyvinylchloridovou pryskyřici se rozumí vodná suspenze nebo emulze polyvinylchloridu.

Latex, který se získá emulsní polymerací vinylchloridu, obvykle obsahuje emulgátor, zbýtkový katalyzátor, vodu a polyvinylchlorid v množství asi od 10 až do 60 hmot. %. Latex obvykle obsahuje asi 0,5 až asi 10 hmot. % nezpolymerovaného vinylchloridu. Způsoby výroby polyvinylchloridových latexů, které popřípadě obsahují zapolymerova-

né též ethylenicky nenasycené sloučeniny, které jsou kopolymerovatelné s vinylchloridem, jsou dobře známy. Způsobem podle vynálezu se mohou zpracovávat všechny polyvinylchloridové latexy obsahující nezreagovaný monomerní vinylchlorid.

Suspensní polyvinylchlorid se obvykle vyrábí z vodné suspense vinylchloridu za použití katalysátoru rozpustného v monomeru a suspensních činidel, které mají tendenci udržet částice pryskyřice suspense ve vodné fázi. Vodná suspenze může obsahovat asi 10 až asi 50 hmot. % pevných látek a obvykle obsahuje 25 až 35 hmot. % pevných látek. Způsoby výroby suspensního polyvinylchloridu jsou dobře známy.

Vibrující povrch, přes který se vodná pryskyřičná směs vede, může být v podstatě horizontální nebo může mít určitý sklon. Přednostně je vibrující povrch nakloněný, přičemž úhel sklonu se může po délce povrchu měnit. Nakloněnému povrchu se dává přednost, poněvadž sklon napomáhá toku vodné pryskyřičné směsi po vibrujícím povrchu.

Povrch může být hladký nebo může být modifikován rýhováním, zvlněním, vypouklinami, důlky, výčnělky apod. Modifikací povrchu se dosáhne zvýšení interakce mezi vibrujícím povrchem a vodnou pryskyřičnou směsí a odstranění monomerního vinylchloridu ze směsi je účinnější.

Vibrující povrch může mít tvar kužele, ploché desky nebo žlabu, po kterém vodná pryskyřičná směs teče. Jak již bylo uvedeno, vibrující povrch může být v podstatě vodorovný nebo může být skloněný, aby se napomohlo toku vodné pryskyřičné směsi po tomto povrchu. Přednostně má vibrující povrch podobu vibrujícího žlabu. Žlab může být uspořádán tak, že je přizpůsoben prostoru, ve kterém se udržuje tlak nižší než tlak atmosférický. Tak například žlab ve tvaru spirály, uspořádaný ve válcovité nádobě, umožňuje dosáhnout velkého povrchu v relativně malé nádobě.

Vibrující povrch může oscilovat nebo vibrovat v širokém rozmezí frekvencí. Přednost se dává nižším frekvencím řádově asi pod 6000 cyklů za minutu. Nižším frekvencím vibrace se dává přednost, poněvadž se při nich může dosáhnout větší amplitudy kmitání, aniž je zařízení vystaveno přílišnému napětí. K potlačení pění je vhodné pracovat při vyšších frekvencích vibrace. Optimální účinnosti se dosahuje tak, že se vyváží amplituda oscilačního nebo vibračního pohybu s frekvencí vibrace.

Amplituda vibrace není rozhodující veličinou. Velká amplituda vibrace a pohybu vibrujícího povrchu zvyšuje účinnost odstraňování monomerního vinylchloridu z vodné směsi obsahující polyvinylchloridovou pryskyřici. Avšak je známo, že velké střikové síly mohou nepříznivě ovlivnit polyvinylchloridové latexy. Amplituda vibrace se může zvyšovat až do bodu, ve kterém se

zhorší stabilita latexu vlivem velkých střihových sil, způsobených velkou amplitudou vibrace vibrujícího povrchu. Obecně velké amplitudy vibrace zvyšují účinnost způsobu. Amplituda vibrace by však neměla být tak velká, aby došlo k nepříznivému vlivu na provozní schopnost zařízení, ve kterém se postup provádí. Velkých amplitud vibrace se může používat při nižších frekvencích.

Důvody, proč je způsob odstraňování monomerního vinylchloridu z vodné pryskyřičné směsi účinný, nejsou zcela srozumitelné. Předpokládá se však, že účinnost se dostává v důsledku podstatného snížení pěnění vodné směsi a rychlého a důkladného míšení vodné pryskyřičné směsi během jejího stékání po vibrujícím povrchu. Při rychlém míšení vodné pryskyřičné směsi se částice pryskyřice dostávají na povrch vodné směsi, kde může vinylchlorid z pryskyřice uniknout.

Pod označením zvýšená teplota se rozumí teplota vyšší než teplota okolí a nižší než teplota, která má nepříznivý vliv na vodnou pryskyřičnou směs. Latexy se velmi snadno poškozuji zvýšenou teplotou. Teplota, při které latex koaguluje, je závislá na emulgátorech použitých při přípravě latexu a na dosavadní historii materiálu. Teplota je ve značném rozsahu závislá na tlaku, za kterého je latex udržován během postupu přes vibrující povrch. Obvykle leží vhodná teplota v rozmezí asi od 43 až do 82 °C. Největší přednost se dává teplotám v rozmezí asi od 54 až do 79 °C.

Teplota vodné pryskyřičné směsi se může udržovat na požadované úrovni zahříváním vodné pryskyřičné směsi před stykem s vibrujícím povrchem, zahříváním vibrujícího povrchu, uváděním páry přímo do odháněcí zóny, ve které vodná pryskyřičná směs stéká přes vibrující povrch, nebo jinými způsoby, které nemají nepříznivý vliv na vodnou pryskyřičnou směs.

Při způsobu podle vynálezu se vodná pryskyřičná směs vede přes vibrující povrch za tlaku nižšího než je tlak atmosférický. Účinnost zařízení se zvyšuje se snižováním tlaku, ale může se pracovat za jakéhokoli tlaku nižšího než je tlak atmosférický. Obvykle se dává přednost absolutnímu tlaku v rozmezí asi od 339 Pa až do 81,31 kPa. Nejvýhodnější pracovní absolutní tlak je asi v rozmezí od 3,39 kPa do 67,72 kPa, poněvadž těchto tlaků se může snadno dosáhnout za použití obchodně dostupného spolehlivého zařízení a lze za nich připustit vodné pryskyřičné směsi se sníženou koncentrací monomerního vinylchloridu.

Vodná pryskyřičná směs se může udržovat za tlaku nižšího, než je tlak atmosférický, tak, že se zamontuje do nádoby, ve které je tlak nižší, než je tlak atmosférický. Poněvadž se z vodné pryskyřičné směsi uvolňuje monomerní vinylchlorid, musí se tlak udržovat v požadovaném rozsahu pomocí evakuačního zařízení. Vibrační povrch mů-

že být vyroben tak, že je součástí nádoby.

Vhodná by byla například nádoba tvořená zakrytým žlabem, po kterém stéká vodná pryskyřičná směs. Žlab a kryt žlabu mohou vibrovat současně. Nádoba a povrch mohou vibrovat jako jedna jednotka, nebo se může povrch zamontovat do nádoby takovým způsobem, že může vibrovat nezávisle na nádobě, ve které je instalován.

Způsob zamontování a způsob, jakým se realizují vibrace, je odborníkům znám.

Způsob podle vynálezu je nejúčinnější při snižování obsahu monomerního vinylchloridu v polyvinylchloridových pryskyřičných emulzích. Vynález je užitečný, poněvadž odstraňování monomerního vinylchloridu z polyvinylchloridových pryskyřičných emulzí průmyslovým způsobem je nesmírně obtížné.

Obr. 1 znázorňuje zařízení používané v příkladech 1 až 8. Nádobu 10 tvoří trubka o průměru 254 mm, dlouhá asi 305 cm, uložená na podpěrách 2. Podpěry 2 jsou na-

30. 3. 1983

staveny pomocí distančních vložek na dně tak, aby zajišťovaly sklon požadovaný pro každý konkrétní pokus. Nádoba 10 je opatřena slepými přírubami 3, ve kterých jsou zabudována průhledná okénka z plastické hmoty 4, aby bylo možno sledovat chování vodné pryskyřičné směsi během procesu.

Vibrující povrch 5 je kovový povrch pevně zamontovaný do nádoby 10. Do nádoby 10 by bylo možno zamontovat jednak hladké vibrující povrch, jednak povrch se 6 mm vlnami, nasměrovanými napříč ve směru krátkého rozměru.

Vibrující zařízení 6 je namontováno na nádobě 10, jak je ukázáno, nebo na podpěrách 2. Povrch 5 se podrobuje vibraci tím, že se nechá vibrovat nádoba 10, ve které je instalován. Vodné pryskyřičné směsi vstupují do nádoby a jsou uváděny na vibrující povrch 5 potrubím 7.

Vodná pryskyřičná směs teče podél vibrujícího povrchu 5, padá z vibrujícího povrchu na dno nádoby 10 a odtéká do nádrže (není zakresleno) potrubím 15.

Vzorek vodné pryskyřičné směsi po průchodu přes vibrující povrch se může získat tak, že se odebere latex z potrubí 15.

Tlak nižší než atmosférický se v nádobě 10 udržuje pomocí parního ejektoru (není zakreslen), kterým se odstraňují páry z nádoby 10 potrubím 12. Teplota vodné pryskyřičné směsi na konci vibrujícího povrchu se měří termočlánkem 14.

Tlak v nádobě 10 se měří tlakoměrem 17. Teplota vodné pryskyřičné směsi se udržuje tak, že se uvádí pára přímo do nádoby 10 potrubím 21.

Během pokusů se odebírají vzorky vodné pryskyřičné směsi vstupující do nádoby 10 a opouštějící nádobu 10 a určuje se v nich množství monomerního vinylchloridu.

Obr. 2 znázorňuje v řezu vibrující povrch

5. Je z něho zřejmá struktura vlnitého povrchu používaného v příkladech 1 až 8. Vlny mají amplitudu 6 mm a periodu 13 mm.

cích 7yccemc

Obr. 3 znázorňuje schematický diagram postupu výroby v zařízení použitém v příkladech 1 až 8. Stejně vztahové značky na obr. 3 a 1 označují stejné části zařízení.

Nádoba 37 obsahuje vodnou pryskyřičnou směs v reaktoru pro polymeraci vinylchloridu. Vodná pryskyřičná směs se předběžně zbaví monomeru uvolněním tlaku v polymeračním reaktoru. Pak se vodná pryskyřičná směs vede potrubím 35, ventilem 36 a potrubím 34 do čerpadla 38. Čerpadlo 38 je čerpadlo MoynoTM a čerpá vodnou pryskyřičnou směs potrubím 7 přes ventil 8 do nádoby 10, která obsahuje vibrující povrch, přes který vodná pryskyřičná směs stéká.

Poté co přejde přes vibrující povrch, postupuje vodná pryskyřičná směs z nádoby 10 do nádoby 31. Větrací potrubí 45 zajišťuje stejný tlak v nádobě 31 a nádobě 10, aby mohla vodná pryskyřičná směs bez překážek téci z nádoby 10 do nádoby 31.

Vzorky vodné pryskyřičné směsi z potrubí 7 lze odebírat potrubím 39 a ventilem 40. Vzorky vodné pryskyřičné směsi po průchodu přes vibrující povrch se získají za použití ventilu 16, potrubí 26 a ventilu 25.

Tlak v nádobě 10 se měří tlakoměrem 17. Tlak nižší než atmosférický se v nádobě 10 udržuje pomocí zařízení na regulaci tlaku (nezakresleného parního ejektoru), který odstraňuje plyny z nádoby 10, potrubím 12 a ventilem 13.

Vodná pryskyřicová směs z reaktoru pro polymeraci vinylchloridu se čerpá přes vibrující povrch a může se určit vliv jednoho průchodu přes vibrující povrch na obsah monomerního vinylchloridu ve vodné pryskyřičné směsi. Vodná pryskyřičná směs, která se zachycuje v nádobě 31, se může přes vibrující povrch nechat cirkulovat a pak se může určit účinek více průchodů přes vibrační povrch na obsah monomerního vinylchloridu ve vodné pryskyřičné směsi.

Provede se praktický pokus, při kterém se vodná pryskyřičná směs vede přes vibrující povrch. Stanovuje se koncentrace monomerního vinylchloridu ve vodné pryskyřičné

směsi v potrubí 15 po jednom průchodu. Když se všechna vodná pryskyřičná směs z nádoby 37 převede do nádoby 31, začne se kontinuální cirkulace vodné pryskyřičné směsi z nádoby 31 přes vibrující povrch, potrubím 32, ventilem 33, potrubím 34 a čerpadlem 38. V předem určených časových intervalech se ventilem 43, potrubím 44 a ventilem 46 odebírají vzorky vodné pryskyřičné směsi z nádoby 31. Uspořádání s dvěma ventily je nutno použít proto, aby bylo možno odebírat vzorky z nádoby 31, která je udržována za tlaku nižšího, než je tlak atmosférický. Za použití zařízení znázorněného na obr. 3 lze snadno určit účinek frekvence a amplitudy vibrace, sklonu povrchu, struktury povrchu, rychlosti cirkulace, teploty a sníženého tlaku.

Vzorky vodné pryskyřičné směsi se rozpustí v tetrahydrofuranu a monomerní vinylchlorid se analyzuje plynovou chromatografií.

Pokud není uvedeno jinak, jsou všechny koncentrační údaje hmotnostní.

Příklad 1

Účinek vibrace

Vzorky latexu obsahujícího asi 34,7 % polymeru vinylchloridu se nechají cirkulovat přes povrch zařízení znázorněného na obr. 1. Povrch žlabu je vlnitý. Jeho délka je 3050 milimetrů, vlny mají amplitudu 6 mm a periodu 12 mm a běží napříč ve směru krátkého rozměru povrchu (100 mm).

Zařízení se udržuje v poloze v podstatě vodorovné (sklon je asi 4 mm/m). Vzorek latexu o hmotnosti asi 70 kg cirkuluje přes vibrující povrch rychlostí 7,1 kg/min. Teplota latexu se udržuje dávkováním páry přímo do nádoby, ve které je povrch zamontován, na 73 °C. Tlak působící na latex se udržuje asi na 67,72 kPa, tj. na hodnotě nižší, než je tlak atmosférický.

Povrch vibruje při 3600 cyklech za minutu s amplitudou 0,2 mm ve vertikálním směru. Frekvence vibrace a amplituda se měří pomocí zařízení I. R. D. Vibrator Analyzer Model 350 (I. R. D. Incorporated). Výsledky zkoušky jsou uvedeny v tabulce 1.

Tabulka 1

Koncentrace monomerního vinylchloridu (ppm)

Doba Minuty	bez vibrace	s vibrací
Start	13 139	19 327
1. průchod	2 728	1 932
10	2 010	833
20	1 023	546
30	733	444
40	580	254
50	574	188

Tabulka jasně ukazuje, že vibrací se zvýší účinnost oddělování monomerního vinylchloridu z latexu. Dva vzorky latexu použité v tomto příkladu jsou latexy stejného typu, ale vyrobené v různou dobu.

Příklad 2

Účinek zvlnění

Použije se zařízení podle příkladu 1 pro oddělení monomerního vinylchloridu z latexu při teplotě 74 až 76 °C a tlaku 64,33 až 67,72 kPa, tj. za tlaku nižšího, než je tlak atmosférický. Povrch vibruje při 870 cyklech za minutu s amplitudou 1,35 mm ve vertikálním směru, přičemž vibrující povrch má sklon 33,9 mm/m.

Vlnitý povrch se nahradí plochou deskou

šírokou 133,3 mm a pokus se opakuje za použití druhého vzorku polyvinylchloridového latexu.

Při pokusech se použije 112,5 kg latexu obsahujícího asi 37 % pevných látek, vztaženo na sušinu. Rychlost cirkulace latexu je 23,08 kg/min.

Výchozí látka se nechá procházet přes vibrující povrch a určuje se obsah monomerního vinylchloridu v latexu po jednom průchodu.

Vzorek latexu se pak nechá cirkulovat přes vibrující povrch. V určitých časových intervalech se z nádrže 31 odebírají vzorky a měří se u nich koncentrace monomerního vinylchloridu.

Výsledky těchto pokusů jsou uvedeny v tabulce 2.

Tabulka 2

		Start	5	10	20	30	60	90	
		1. průchod							
<u>Doba (minuty)</u>		<u>Koncentrace vinylchloridu (ppm)</u>							
<u>povrch šířka</u>									
zvlněný	101,2 mm	25 081	829	740	561	412	310	151	82
plochý	133,3 mm	18 373	1 600	843	486	345	269	204	105
plochý	upravené		2 080	1 106	632	449	350	265	136
výsledky pro šířku 101,2 mm									

Pro srovnávací účely se výsledky dosažené za použití povrchu o šířce 133,3 mm přepočítají na šířku 101,2 mm, přičemž se předpokládá, že koncentrace monomerního vinylchloridu je úměrná ploše povrchu. Upravené hodnoty se získají z hodnot pro šířku 113 mm tak, že se vynásobí poměrem $\frac{133,3}{101,2}$

Výsledky pokusu jasně ukazují, že zvlnění podstatně zlepšuje účinnost vibrujícího povrchu při odstraňování monomerního vinylchloridu z polyvinylchloridového latexu.

Příklad 3

Účinek sklonu vibrujícího povrchu

Pro odstraňování monomerního vinylchloridu z polyvinylchloridového latexu se použije zařízení podle příkladu 1. Měří se sklon vibrujícího povrchu a určuje se účinek sklonu povrchu na odstraňování monomerního vinylchloridu z latexu.

Povrch vibruje při 870 cyklech/min s amplitudou 2 mm ve vertikálním směru.

Během hlavní části každého pokusu se tlak udržuje asi na 67,72 kPa. Na počátku pokusu, kdy se monomerní vinylchlorid rychle uvolňuje z latexu, je tlak vyšší.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce 3.

Tabulka 3

sklon mm/m	4,2	16,9	33,8	101,5
rychlost cirkulace kg/min	9,38	9,38	9,38	8,51
hmotnost vzorku kg	67,50	67,50	67,50	75,15
teplota °C	74	74	74	68—70
Doba	Koncentrace vinylchloridu (ppm)			
Start	15 632	16 799	10 925	12 194
První průchod	4 013	8 222	3 550	—
10	1 041	597	81	1 271
20	706	217	20	—
30	465	160	20	683
40	331	—	—	—
50	219	119	—	509
60	122	—	11	297
70	—	1—3	9	—

Data v tabulce 3 jasně ukazují, že účinnost vibrujícího povrchu při odstraňování monomerního vinylchloridu z latexu lze zvýšit zvýšením sklonu vibrujícího povrchu.

Příklad 4

Účinek rychlosti toku latexu

Použije se zařízení podle příkladu 1 pro určení účinku rychlosti toku latexu na odstranění monomerního vinylchloridu. Sklon

vibrujícího povrchu se nastaví na 33,8 mm/m. Vzorky latexu o hmotnosti asi 76,5 kg obsahující asi 40,7 % polyvinylchloridu se nechají cirkulovat přes vlnitý povrch, který vibruje při 870 cyklech za minutu s amplitudou 2,1 mm ve vertikálním směru. Latex z nádrže obsahující zásadu se vede přes vibrující povrch a pak se přes tento povrch cirkuluje. Vzorky se odebírají z nádrže 31 v periodických intervalech a určuje se obsah vinylchloridu v latexu.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce 4.

Tabulka 4

Rychlost cirkulace doba (min)	14,0 $\frac{\text{kg}}{\text{min}}$		9,5 $\frac{\text{kg}}{\text{min}}$		4,5 $\frac{\text{kg}}{\text{min}}$		koncentrace vinylchloridu (ppm)	teplota (°C)	tlak (kPa)	koncentrace vinylchloridu (ppm)	teplota (°C)	tlak (kPa)	koncentrace vinylchloridu (ppm)
	teplota (°C)	tlak (kPa)	teplota (°C)	tlak (kPa)	teplota (°C)	tlak (kPa)							
Start							44 992			44 227			40 785
5	66	61,0	62	71,2	58	71,2	3 614	58	71,2	3 614	58	71,2	2 980
10	69	64,3	64	71,2	61	71,2	2 790	61	71,2	2 453	61	71,2	2 621
20	71	71,2	66	71,2	63	71,2	966	63	82,7	1 469	63	82,7	2 071
30	71	71,2	68	71,2	66	71,2	457	66	74,6	972	66	74,6	1 130
60	72	71,2	69	74,6	70	74,6	120	70	71,2	399	70	71,2	716
90	72	74,6	70	74,6	71	74,6	69,2	71	74,6	191	71	74,6	276
120			71	74,6	71	74,6		71	72,7	97,5	71	72,7	125

Data uvedená v tabulce 4 jasně ukazují, že při zvýšení rychlosti cirkulace se monomerní vinylchlorid rychleji odstraňuje z polyvinylchloridového latexu. Z množství monomerního vinylchloridu obsaženého v latexu po 5 minutách je však zřejmé, že při každém průchodu přes vibrující povrch se odstraní z polyvinylchloridu více monomerního vinylchloridu tehdy, když je rychlost toku nižší.

Za provozu je nutno vyvážit škodlivé účinky, které se dostávají při čerpání latexu, s rychlostí, kterou má být monomerní vinylchlorid odstraněn z latexu.

Příklad 5

Určuje se účinek rychlosti toku na množství monomerního vinylchloridu odstraněného z polyvinylchloridového latexu při jednom průchodu přes vibrující povrch podle příkladu 1. Povrch se nastaví na sklon 4,2 mm/m a nechá se vibrovat přes 3600 cyklech za minutu ve vertikálním směru s amplitudou 2 mm. Při všech pokusech se násada předehřívá na 71 až 74 °C. Tlak při pokusu se udržuje asi na hodnotě 67,72 kPa. Výsledky jsou uvedeny v tab. 5.

Tabulka 5

Rychlost dávkování kg/min	Obsah polyvinylchloridu v latexu v %	Monomerní vinylchlorid (ppm)	
		násada	po jednom průchodu
0,22	38,6	29 500	795,7
2,43	38,7	22 886	734
3,74	38,6	29 500	968,3
6,66	33,4	28 180	723,7
9,05 *	41,8	12 534	1 197

* Vakuum 57,5 kPa.

Data z tabulky 5 ukazují, že obsah monomerního vinylchloridu v latexu lze podstatně snížit jedním průchodem přes vibrující povrch.

Příklad 6

Interakce parametrů, které ovlivňují odstraňování monomerního vinylchloridu z

polyvinylchloridového latexu se zjišťuje tak, že se zařízení podle příkladu 1 nechá pracovat za různých provozních podmínek.

Vlnitý povrch podle příkladu 1, se nechá vibrovat, je-li vibrace používáno, při 3600 cyklech za minutu při amplitudě 0,2 mm ve vertikálním směru. Obsah monomerního vinylchloridu v latexu se měří po jednom průchodu přes povrch. Sklon povrchu se nastaví na 4,2 mm/m.

Výsledky pokusů jsou ukázány v tabulce 6

Tabulka 6

Obsah polyvinylchloridu v latexu v %	Rychlost dávkování kg/min	Teplota násady °C	Tlak kPa	Obsah monomerního vinylchloridu (ppm)		Vibrace
				Násada	Produkt	
32	0,35	63	54,1	25 231	1760	ano
32	0,35	63	54,1	25 231	2247	ne
38,6	0,38	58	57,5	20 707	4440	ano
38,6	3,74	69	67,7	29 500	968	ano
33,4	6,66	72	67,7	28 180	724	ano
41,8	9,05	71—74	57,5	12 534	1197	ano
39,3	8,6	60	60,9	16 037	3761	ano
39,3	7,5	60	60,9	16 037	4467	ne
36,7	7,5	64	67,7	16 368	1414	ano
36,7	6,7	64	67,7	16 368	2993	ne
38,7	2,43	71—74	67,7	22 886	734	ano
38,7	2,43	71—74	67,7	22 886	1371	ne

Výsledky uvedené v tabulce 6 jasně ukazují účinek, který mají jednotlivé parametry na účinnost vibrujícího povrchu při odstraňování monomerního vinylchloridu z polyvinylchloridového latexu.

Příklad 7

Zařízení podle příkladu 1 se použije pro určení vlivu teploty latexu na oddělování monomerního vinylchloridu. Sklon vibrujícího povrchu se zastaví na 33,8 mm/m a

vibrace se provádí při 870 cyklech za minutu při amplitudě 1,8 mm ve vertikálním směru. Vzorek latexu o hmotnosti 71,5 kg se nechá cirkulovat rychlostí 26,3 kg/min přes vibrující povrch, tlak se udržuje při všech pokusech na 77,7 až 84,5 kPa.

Latex se vede ze zásobní nádrže 37 přes vibrující povrch do nádrže 31. Pak se latex cirkuluje přes vibrující povrch a z nádrže 31 se odebírají vzorky, ve kterých se měří obsah vinylchloridu v latexu.

Výsledky pokusů jsou uvedeny v tabulce 7.

Tabulka 7

Doba (minuty)	Teplota °C	Obsah monomerního vinylchloridu (ppm)	Teplota °C	Obsah monomerního vinylchloridu (ppm)
Start		44 855		43 533
5	65	2 801	63	2 411
10	64	1 298	62	1 512
20	63	498	60	887
30	61	250	59	506
60	60	91		
70			59	142
90	62	20	60	56

Výsledky uvedené v tabulce 7 ukazují, že vyšší teploty jsou účinnější při odstraňování monomerního vinylchloridu z polyvinylchloridového latexu.

Příklad 8

Zařízení podle příkladu 1 se použije pro snížení obsahu monomerního vinylchloridu v polyvinylchloridovém latexu na hodnotě pod 10 ppm.

Vzorek latexu o hmotnosti 71,5 kg se nechá projít zařízením podle příkladu 1 a

shromažďuje se v nádobě 31. Latex se nechá cirkulovat přes vibrující povrch rychlostí 14 kg/min a z nádoby 31 se odebírají vzorky a stanovuje se v nich obsah monomerního vinylchloridu.

Sklon vibrujícího povrchu se nastaví na 33,8 mm/m a vibrace se provádí při 870 cyklech za minutu při amplitudě 1,8 mm ve vertikálním směru. Latex se při průchodu přes vibrující povrch udržuje za tlaku 67,7 až 77,7 kPa.

Výsledky pokusu jsou zřejmé z tabulky 8.

Tabulka 8

Doba minuty	Teplota latexové násady (°C)	Teplota latexu v nádobě 10 (°C)	Obsah monomerního vinylchloridu (ppm)
0			37 037
5	66	65	1 517
10	68	73	1 194
20	69	71	366
30	71	73	234
60	76	77	109
90	72	74	34,6
105	72	75	5,6

Údaje uvedené v tabulce 8 ukazují, že obsah monomerního vinylchloridu v polyvinylchloridovém latexu se může snížit způsobem podle vynálezu na poměrně nízkou hodnotu.

Vysoká teplota a vibrace snižují mechanickou stabilitu latexu během pokusu.

Mechanická stabilita kontrolního vzorku je 16 minut. Po 105 minutách cirkulace přes vibrující povrch se mechanická stabilita snížila na 4 minuty.

Mechanická stabilita se určí tak, že se 100 ml vzorek umístí do mléčného šejkru Hamilton Beach TM a měří se počet minut potřebných pro koagulaci latexu.

Příklad 9

Vodné směsi obsahující polyvinylchloridovou pryskyřici se vedou přes povrch o délce 37,2 m a šířce 22,2 mm. Povrch je rýhován ve směru krátkého rozměru. Sklon povrchu v podélném směru je průměrně 48 mm/metrů. Povrch se nechá vibrovat při frekvenci 950 cyklů/min a amplitudě 2,5 mm ve svislém směru. Pryskyřicová směs teče žlabem v podélném směru.

Vyrobí se 15 200 l vodné pryskyřičné směsi a tato směs se nechá cirkulovat přes vibrující povrch. Vodná pryskyřičná směs se čerpá z reaktoru přes vibrující povrch a opět se vrací do reaktoru. Z potrubí k čerpadlu se periodicky odebírají vzorky pryskyřičné směsi a určuje se v nich množství monomerního vinylchloridu.

Tabulka 9 uvádí souhrnně dosažené výsledky.

Tabulka 9					
Typ pryskyřičné směsi	Emulze	Emulze	Emulze	Suspense	Suspense
Rychlost cirkulace (1/min)	304	285	342	475	570
Tlak kPa	57,5	64,3	64,3	57,5	62,6
Teplota °C	69	66	66	66	66
Obsah pevných látek (%)	24,9	34,0	36,5	31,2	27,7
Doba (h)	Koncentrace monomerního vinylchloridu (ppm)				
0	4786		7780	259*	156*
1	492	32	21	—	42
1,5	188	17	24	15	22,6
2,0	206	11	16	20	13,2

* Vzorek podroben předběžnému odhánění pomocí vodní páry

Příklad 9 názorně ukazuje, že způsobem podle vynálezu lze účinně odstranit monomerní vinylchlorid z vodné pryskyřičné směsi na bázi polyvinylchloridu v průmyslovém měřítku.

Tento příklad rovněž ukazuje, že uvedeným způsobem lze účinně snížit obsah monomerního vinylchloridu ve vodných pryskyřičných směsích typu suspensí.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob oddělování monomerního vinylchloridu z vodné směsi obsahující polyvinylchloridovou pryskyřici, vyznačený tím, že se vodná pryskyřičná směs vede při teplotě vyšší, než je teplota okolí, a nižší, než je teplota, při které je vodná směs obsahující pryskyřici zvýšenou teplotou nepříznivě ovlivněna, a při tlaku od 338 Pa do 81,2 kPa přes povrch vibrující při frekvenci pod 6000 cyklů/min.

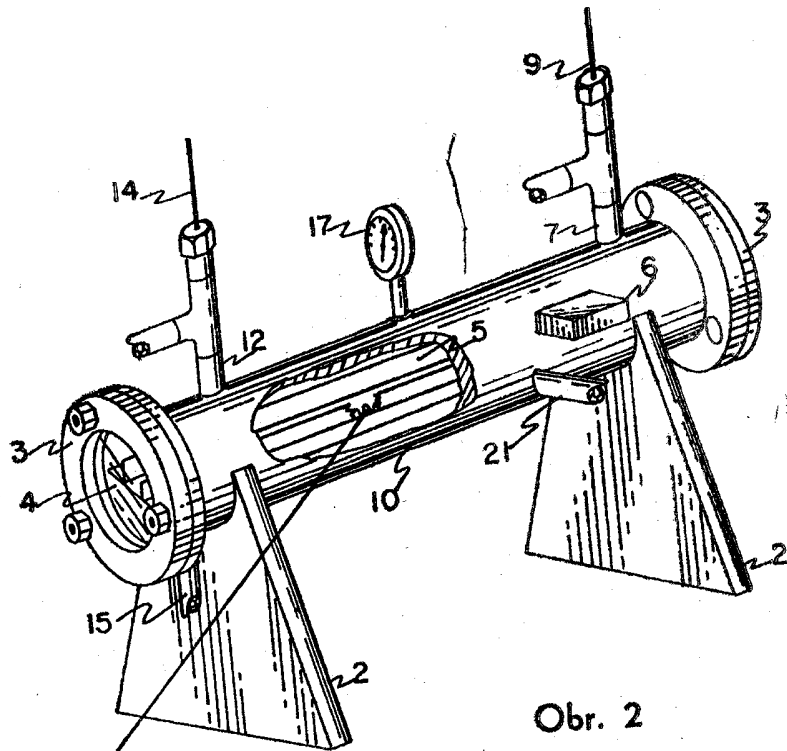
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se pracuje při teplotě od 43 do 82 °C.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačený tím, že se pracuje při absolutním tlaku 3,4 až 67,7 kPa.

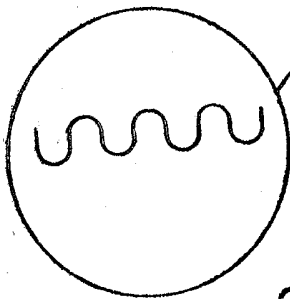
4. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se pracuje při teplotě od 54 do 80 °C a při absolutním tlaku od 33,9 do 67,7 kPa.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že vibrující povrch je modifikován.

2 listy výkresů



Obr. 2



Obr. 1

