



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 17.05.74 (P. 171 186)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 17.05.74

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1978

MKP C08f 3/90
C08f 1/92

Int. Cl.² C08F 120/56
C08F 6/12

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Zdzisław Maciejewski, Jerzy Szlachta, Antoni Korek, Henryk Mańka, Janusz Pajor, Józef Barucha, Jerzy Miszka, Jadwiga Zacharczuk

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachonia”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób wydzielania poliakryloamidu z wodnych roztworów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania poliakryloamidu z roztworów wodnych w postaci drobno zgranulowanego produktu.

Polimery rozpuszczalne w wodzie, takie jak poliakryloamid otrzymuje się w procesie syntezy w postaci wodnych roztworów o dużej lepkości i zawartości polimeru od 7—10% wagowych.

Wydzielanie ich z wody w postaci stałej napotyka na trudności z powodu dużego zużycia energii cieplnej przy odparowaniu wody, oraz tworzenia się twardych błon i koagulatów przylepiających się do powierzchni wymiany ciepła. Najczęściej stosuje się suszarki rozpyłowe, lecz z uwagi na konieczność odparowania dużych ilości wody oraz wysoką lepkość roztworu surowca sięgającą kilku tysięcy centipoisów proces w warunkach przemysłowych jest trudny do wykonania i mało ekonomiczny ze względu na wysokie zużycie energii. Celem wynalazku było opracowanie sposobu wydzielania poliakryloamidu z wodnego roztworu z wyeliminowaniem energochłonnego procesu odparowania z roztworu dużych ilości wody.

Z opisu patentowego St. Zjedn. Am. Półn. nr 3-042 970 znany jest sposób wydzielania poliakryloamidu z jego wodnych roztworów przez wytłaczanie roztworu poliakryloamidu do przepływającego pod kątem prostym, do kierunku wprowadzanych cząstek polimeru, strumienia metanolu.

Ten sam opis patentowy omawia inny znany sposób wydzielania poliakryloamidu z jego wod-

2

nych roztworów polegający na wkraplaniu wodnego roztworu poliakryloamidu do cieczy nierozpuszczającej poliakryloamidu a mieszającej się z wodą lub też na wprowadzaniu do takiej cieczy wodnego roztworu poliakryloamidu przy intensywnym mieszaniu cieczy stanowiącej wytrącalnik.

Jeszcze inny znany sposób stosujący ciecze nierozpuszczające poliakryloamidu jako wytrącalnik przewiduje wstępne zemulgowanie roztworu wodnego polimeru i wprowadzenie w takiej postaci do nierozpuszczającej polimeru cieczy. Tak wytrącony polimer w postaci cząstek różnego kształtu oddziela się od cieczy przez filtrację i poddaje się następnie wysuszeniu.

Sposób wydzielania poliakryloamidu według wynalazku polega na wytłaczaniu roztworu wodnego polimeru przez dysze lub filiiery do kolumny wypełnionej organiczną cieczą. Cienkie strużki polimeru w postaci nitki opadają na dół kolumny przez warstwę cieczy. Polimer ulega żelowaniu, zaś woda wyekstrahowaniu. Opadające strużki ciekłego polimeru w dolnej części kolumny stają się cienkimi twardymi nitkami, mocno porowatymi z uwagi na wyekstrahowanie wody. Kruchłość nitki w dolnej części kolumny umożliwiła łatwe ich rozdrobnienie i wydzielenie organicznej cieczy przez odsączenie. Dla utrzymania odpowiedniego stężenia cieczy w kolumnie świeża ciecz dopływa do dolnej części kolumny, zaś górą kolumny odpływa wraz z wyekstrahowaną z polimeru wodą.

Wydzielony polimer ma postać cienkich porowatych nitki o niewielkiej długości, nasyconych organiczną cieczą. Po wysuszeniu w znany sposób uzyskuje się polimer w postaci suchej i odpowiednio już zgranulowanej nadającej się do dalszego stosowania. Sposób wydzielania poliakryloamidu z roztworu wodnego według wynalazku przedstawiono na rysunku.

Wodny roztwór poliakryloamidu ze zbiornika pośredniego 1 przetłaczany jest pompą trybikową 2 do kolektora systemu dysz zamontowanych w górnej części kolumny 3. Polimer wpływa przez dysze o średnicy od 0,2 do 1,0 mm, najkorzystniej 0,5 mm. Strużki polimeru opadają przez warstwę cieczy organicznej zawartej w kolumnie 3. Wysokość warstwy cieczy zależy od średnicy stosowanych dysz i szybkości wytłaczania strużek polimeru. W dolnej części kolumny zamocowana jest krajalnica w postaci wolno obracającego się mieszadła ścinającego nitki polimeru. Opadające na dno kolumny ścinki nitki poliakryloamidu transportowane są hydraulicznie przy pomocy znajdującej się w obiegu zamkniętym cieczy pomiędzy filtrami 4 a dołem kolumny 3. Cyrkulację cieczy utrzymuje się przy pomocy pompy 5. Wydzielony na filtrach lub wirówkach 4 polimer kieruje się do suszarek bębnowych lub komorowych 6, gdzie odzyskuje się pochłoniętą przez polimer ciecz organiczną a polimer w postaci zgranulowanej i suchej pakuje się do worków.

Ciecz organiczną z wyekstrahowaną z poliakryloamidu wodą z kolumny 3 kieruje się poprzez zbiornik pośredni 8 do kolumny rektyfikacyjnej 7, gdzie oddziela się ją od wody. Ciecz zawraca się do procesu wydzielania polimeru w kolumnie 3 a woda kierowana jest do ścieków. Wydzielanie poliakryloamidu z roztworów wodnych sposobem według wynalazku pozwala obniżyć koszty procesu o około 25—50% w porównaniu do innych metod, na przykład rozpyłowych, dzięki ekstrakcyjnemu oddzieleniu wody od polimeru, przy czym wydzielony polimer posiada odpowiednią makrogranulację a granulki porowatą strukturę.

Ułatwia to dalszą przeróbkę i nie stwarza trudności przy rozpuszczaniu polimeru w trakcie dalszego stosowania polimeru w procesach flokulacji.

Przykład I. Do kolumny koagulacyjnej 3 o średnicy 250 mm i wysokości 2 m podawano wodny roztwór poliakryloamidu w ilości 3045 g/h o zawartości 7% polimeru i 9% soli mineralnych w tym głównie siarczuanu amonu, kolumna wyposażona była w górnej części w system ośmiu dysz/filtrów/, którymi strużki roztworu polimeru wpływały do metanolu wypełniającego kolumnę. W dolnej części kolumny zamontowano odpowiednio ukształtowaną krajalnicę, która rozdrabniała nitki polimeru. Polimer pokruszony w postaci drobnych nitki hydraulicznie wynoszony jest do filtrów 4 gdzie zostaje odsączony.

Uzyskano około 1050 g/h produktu zawierającego jeszcze około 660 g metanolu. Do kolumny 3 dozowano 50 l/h metanolu destylowanego, o stężeniu 99,5%. Górą kolumny odpływał metanol zawierający wodę, który kierowano do destylacji. Po wysuszeniu odfiltrowanego produktu uzyskano

390 g/h zawierającego pewne ilości soli, co stanowi 99% wydajności w przeliczeniu na polimer zawarty w roztworze. Otrzymane granulki polimeru bardzo dobrze rozpuszczały się w wodzie i posiadały niezmienione właściwości flokulacyjne.

Przykład II. Do urządzenia jak w przykładzie I dozowano w sposób ciągły 3150 g/h roztworu poliakryloamidu zawierającego około 7% polimeru i 9% soli mineralnych głównie siarczuanu amonu. Do kolumny dozowano destylowany etanol w ilości około 50 l/h. Skoagulowany polimer odbierano sposobem opisanym w przykładzie I. Uzyskano około 1080 g/h produktu zawierającego jeszcze około 675 g etanolu. Po wysuszeniu odfiltrowanego produktu uzyskano około 405 g/h granulki zawierających pewne ilości soli co stanowiło 99% w przeliczeniu na polimer zawarty w roztworze.

Otrzymane granulki polimeru bardzo dobrze rozpuszczały się w wodzie i posiadały niezmienione właściwości flokulacyjne.

Przykład III. Do urządzenia jak w przykładzie I dozowano w sposób ciągły 3100 g/h roztworu poliakryloamidu zawierającego około 7% polimeru i 9 % soli mineralnych, głównie siarczuanu amonu. Do kolumny dozowano destylowany aceton w ilości około 60 l/h. Skoagulowany polimer odbierano sposobem opisanym w przykładzie I.

Uzyskano około 1065 g/h produktu zawierającego jeszcze około 670 g acetonu. Po wysuszeniu odfiltrowanego produktu uzyskano około 395 g/h granulki zawierających pewne ilości soli, co stanowiło 97% w przeliczeniu na polimer zawarty w roztworze. Otrzymane granulki polimeru bardzo dobrze rozpuszczały się w wodzie i posiadały niezmienione właściwości flokulacyjne.

Przykład IV. Do urządzenia jak w przykładzie I dozowano w sposób ciągły 3100 g/h roztworu poliakryloamidu zawierającego około 7% polimeru i 9% soli mineralnych, głównie siarczuanu amonu. Do kolumny dozowano mieszaninę o składzie: 10% metanolu i 90% acetonu w ilości około 60 l/h.

Skoagulowany polimer odbierano sposobem opisanym w przykładzie I. Uzyskano około 1060 g/h produktu zawierającego jeszcze około 665 g rozpuszczalników. Po wysuszeniu odfiltrowanego produktu uzyskano około 395 g/h granulki zawierających pewne ilości soli, co stanowiło 97% w przeliczeniu na polimer zawarty w roztworze. Otrzymane granulki polimeru bardzo dobrze rozpuszczały się w wodzie i posiadały niezmienione właściwości flokulacyjne.

Przykład V. Do urządzenia jak w przykładzie I dozowano w sposób ciągły 3200 g/h roztworu poliakryloamidu zawierającego około 7% polimeru i 9% soli mineralnych głównie siarczuanu amonu. Do kolumny dozowano mieszaninę o składzie 80% etanolu i 20% acetonu w ilości około 60 l/h. Skoagulowany polimer odbierano sposobem opisanym w przykładzie I. Uzyskano około 1100 g/h produktu zawierającego około 690 g rozpuszczalników. Po wysuszeniu odfiltrowanego produktu uzyskano około 410 g/h granulki zawierających

pewne ilości soli, co stanowiło 0,6% w przeliczeniu na polimer zawarty w roztworze. Otrzymane granulki polimeru bardzo dobrze rozpuszczały się w wodzie i posiadały niezmienną własność floculacyjną.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania poliakryloamidu z wodnych roztworów przez wprowadzenie wodnego roztworu poliakryloamidu, po rozdrobnieniu do postaci strużek, nitki lub walców, do cieczy organicznej nie rozpuszczającej polimeru a mieszającej się

z wodą, znamienny tym, że wodny roztwór poliakryloamidu wprowadza się przeciwnie do przepływającej przez kolumnę w kierunku z dołu w górę cieczy organicznej.

2. Sposób wydzielania poliakryloamidu według zastr. 1, znamienny tym, że jako cieczy organiczne stosuje się alkohole pierwszorzędowe, jak metanol lub etanol, względnie ketony, jak aceton.

3. Sposób wydzielania poliakryloamidu według zastr. 1 lub 2, znamienny tym, że stosuje się cieczy organiczne jednoskładnikowe lub w postaci mieszanin o dowolnym stosunku poszczególnych składników.

