

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 347 653 B1**

12

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

45 Veröffentlichungstag der Patentschrift: **24.03.93**

51 Int. Cl.⁵: **B01F 7/16**, B01F 15/00,
B01F 3/08

21 Anmeldenummer: **89110337.6**

22 Anmeldetag: **08.06.89**

54 **Rührkessel mit radial förderndem Rührer und mindestens einem Stromstörer sowie Verfahren zum Durchmischen von Flüssigkeiten mit Hilfe dieses Rührkessels.**

30 Priorität: **22.06.88 DE 3821033**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.12.89 Patentblatt 89/52

45 Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
24.03.93 Patentblatt 93/12

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE FR GB IT NL SE

56 Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 071 717
DE-A- 2 933 421
DE-A- 3 330 456

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Band 5, Nr.
20 (C-42)(692), 6. Februar 1981; & JP-
A-55147144 (DENKI KAGAKU KOGYO K.K.)
15.11.1980

73 Patentinhaber: **HÜLS AKTIENGESELLSCHAFT**
Patentabteilung / PB 15 - Postfach 13 20
W-4370 Marl 1(DE)

72 Erfinder: **Bollenrath, Franz-Michael, Dr.**
Lipperweg 197
W-4370 Marl(DE)
Erfinder: **Rigler, Josef Karl, Dr.**
Tiberberg 6
W-4408 Dülmen(DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 347 653 B1

Beschreibung

Die homogene Durchmischung von Flüssigkeiten in Reaktoren, insbesondere in Großreaktoren, ist keineswegs unproblematisch. Es soll nicht nur ein guter Durchmischungseffekt erzielt werden, es soll auch zu keiner Schaumentwicklung kommen. Die Flüssigkeit, beispielsweise ein Polymerisationsansatz, soll keine Trombe bilden und insbesondere kein Gas einziehen. Anbackungen sollen vermieden werden, da sie vielfach zu Produktschädigungen und Inhomogenitäten führen. Bekanntlich ist es besonders schwierig, eine homogene Durchmischung bei Flüssigkeiten zu erzielen, die aus zwei oder mehr flüssigen Komponenten unterschiedlicher Dichte bestehen.

In all diesen Fällen führen konventionelle Rührkessel zu unbefriedigenden Ergebnissen.

Setzt man nämlich einen üblichen Rührertyp, z. B. einen Scheibenrührer (Rushton-Turbine), ein, erzielt man zwar eine gute horizontale, aber eine außerordentlich schlechte axiale Durchmischung. Die Trombenbildung läßt sich am einfachsten dadurch vermeiden, daß man zusätzlich Stromstörer einbaut. Bei einer üblichen Ausführungsform verwendet man einen Rührkessel (Durchmesser D) und eine Rushton-Turbine und bringt vier Leitbleche einer Breite von etwa $D/10$ längs der Rührkesselwand an. Nachteilig ist, daß diese Stromstörer nicht verstellbar sind und daher nicht den jeweiligen Rührproblemen angepaßt werden können. An den Stromstörern, die einen erheblich erhöhten Leistungseintrag erfordern läßt sich die Ausbildung von Anbackungen meist nicht vermeiden.

Sehr gute Mischergebnisse werden nach dem Stand der Technik mit dem Pfaudler-System erzielt (vgl. Prospekt der Pfaudler-Werke, D-6830 Schwetzingen, 1978). Als Rührer wird üblicherweise ein Impeller-Rührer nach Pfaudler verwendet. Zwischen dem Rührerdurchmesser d und der Höhe des Rührblattes b besteht der Zusammenhang $d/10 = b$. Die drehbar gelagerten Stromstörer, mit üblicherweise drei Fingern (Mixing in the Chemical Industry, Pergamon Press, I. Sterbacek, Tausk, 1965, S. 281), deren Enden verbunden sein können, sitzen meistens unmittelbar über dem Rührer. Während die Durchmischung im unteren Bereich des Rührkessels zufriedenstellend ist, gibt es insbesondere bei großen und schlanken Rührkesseln Probleme mit der axialen Durchmischung, es sei denn, die Rührleistung wird erheblich gesteigert, was wiederum zur unerwünschten Trombenbildung führt.

In DE-A-2933421 wird eine Vorrichtung zum Vermischen eines Gases mit einer Flüssigkeit beschrieben. Die Stromstörer sind als konkave Schaufeln ausgebildet; das Verhältnis der Höhe jeder Schaufel zu ihrer Länge in einer waagerechten Ebene ist kleiner als 1, die Schaufeln sind also schmal. In dieser Vorrichtung wird eine Flüssigkeit begast; das von der Flüssigkeit noch nicht aufgenommene Gas wird mittels der Schaufeln in die umlaufende Flüssigkeit gelenkt.

Aus der DE-A- 32 02 159 ist ein Verfahren zur Herstellung von Styrolpolymerisaten unter Zusatz von niedrig siedenden Treibmitteln bekannt, bei dem es darauf ankommt, während des Rührens eine möglichst trombenfreie Oberfläche zu erhalten. Es wird unter anderem vorgeschlagen, ein Rührsystem zu verwenden, das aus einem Rührkessel, einem axial angeordnetem Rührer, vorzugsweise einem Impellerrührer und einem Fingerstromstörer nach Pfaudler-Bauweise, der in der Nähe des Rührers angeordnet ist, besteht. Ein solches Rührsystem ist vor allem dann einsetzbar, wenn die Füllhöhe nicht größer als der Kesseldurchmesser ist. Bei Rührkesseln, die höher gefüllt sind, treten Probleme auf. Den Beispielen ist zu entnehmen, daß die Produktqualität erheblich verschlechtert ist, wenn man nicht trombenfrei arbeitet.

Ziel der vorliegenden Erfindung war es daher, Rührsysteme zu entwickeln, die folgende Eigenschaften aufweisen:

1. Sie sollten eine schnelle axiale Durchmischung von Flüssigkeiten unterschiedlicher Dichten ermöglichen.
2. Beim Rühren sollte sich kein Schaum entwickeln.
3. Beim Rühren sollte sich keine oder nur eine unwesentliche Trombe bilden.
4. Beim Rühren sollte kein Gas eingezogen werden.
5. Das Rührsystem sollte auch bei großen Füllhöhen H_L zuverlässig arbeiten ($H_L/D > 1$)

Es wurde jetzt ein Rührkessel 1 gefunden, der mit einem radial fördernden Rührer 3 und mindestens einem verstellbaren Stromstörer 2 ausgestattet ist und durch folgende Merkmale gekennzeichnet ist:

- Der radial fördernde Rührer 3, vorzugsweise ein Impellerrührer, ist maximal in einem Abstand $D/2$ vom Rührkesselboden entfernt angebracht.
- Der oder die Stromstörer 2 befinden sich in der oberen Hälfte des Rührkessels.
- Der bzw. die Stromstörer 2 haben die Form eines Tragflächenprofils, d. h. sie sind in Form einer archimedischen Spirale oder in Form eines Teiles oder Teilen eines Kreisbogens gekrümmt.
- Der bzw. die Stromstörer 2 sind in einem Abstand R_1 mit $D/8 < R_1 < D/3$ von der Wand entfernt angebracht.

- Der bzw. die Stromstörer besitzen die Höhe h_s , für die folgende Beziehung gilt:

$$0,2 < h_s/D < 0,4$$

5

- Der Ausströmquerschnitt des bzw. der Stromstörer ist vorzugsweise rechteckig.

Gegenstand der Erfindung ist ferner gemäß Anspruch 6 ein Verfahren zum Durchmischen von Flüssigkeiten mit Hilfe des soeben beschriebenen Rührkessels.

Mit der vorliegenden Erfindung werden folgende Vorteile erzielt:

1. Die gesamte Flüssigkeitsmenge wird homogen durchmischt.
2. Es wird eine hohe axiale Umwälzung erreicht.
3. Die Form der Stromstörer **2** garantiert einen erstaunlich geringen Leistungsbedarf.
4. Die Flüssigkeit wird trombenfrei gerührt.
5. Die Stromstörer **2** können sowohl in ihrer Höhe als auch in ihrem Winkel gegenüber der zu rührenden Flüssigkeit verstellt werden und damit auch sehr unterschiedlichen Rührproblemen angepaßt werden.
6. Bei Verwendung eines radial fördernden Rührers mit Untenantrieb kommt man mit einer sehr kurzen Rührerwelle aus.

Bei dem Rührkessel, der nach dieser Erfindung eingesetzt wird, handelt es sich um einen stehenden Rührkessel **1** mit üblicherweise vertikaler Achse und zylindrischer Form. Das Verhältnis zwischen seiner Höhe H und seinem Durchmesser D ist meist größer als 1, insbesondere liegt es zwischen 1,5 und 2,5. Der Rührkessel **1** weist üblicherweise einen Korbbogen-, Kugel- oder Klöpperboden auf. Letzterer ist bevorzugt. Das Gesamtvolumen des Rührkessels ist nicht kritisch.

Er ist üblicherweise mit einem einstufigen Rührer **3** in Bodennähe ausgerüstet. Es ist also nicht erforderlich, wie dies bei anderen Rührtypen in schwierigen Fällen vielfach geschieht, ihn mit einem mehrstufigen Rührer oder mit mehreren Rührern auszurüsten. Die Form des Rührers **3** entspricht der eines Impellerrührers. Sein Durchmesser d beträgt $0,5 D$ bis $0,7 D$, die Blatthöhe liegt bei $0,2 d$. Der Winkel gegenüber der Horizontalen ist üblicherweise der Bodenform des Rührkessels angepaßt.

Der Rührkessel **1** enthält mindestens einen drehbar angeordneten Stromstörer **2**; vorzugsweise sind es zwei. Diese sind zweckmäßigerweise so angebracht, daß sie in das obere Drittel der im Reaktor stehenden Flüssigkeit eintauchen und der Abstand ihres Drehpunktes von der Kesselwand zwischen $0,1 D$ und $0,2 D$ beträgt. Der Anstellwinkel α liegt vorzugsweise zwischen 0 und 60° (siehe Abb. 1).

Die Querschnittsfläche des Stromstörers **2** ähnelt einem Tragflächenprofil, dessen Mittenlinie vorzugsweise als Stück einer archimedischen Spirale ausgebildet ist. Aus fertigungstechnischen Gründen wird dieses vielfach durch einen Kreisbogen ersetzt. Der Radius dieses Kreises liegt zwischen etwa $0,15 D$ und $0,3 D$. Im einfachsten Fall kann der Stromstörer **2** die Form eines Bleches haben, dessen Querschnitt der beschriebenen Mittenlinie entspricht. Die Höhe des Stromstörers **2** liegt üblicherweise zwischen $0,2 D$ und $0,5 D$.

Der erfindungsgemäße Rührkessel **1** wird besonders vorteilhaft eingesetzt, wenn Dispersionen aus zwei verschiedenen, nicht miteinander mischbaren Flüssigkeiten unterschiedlicher Dichte aufrecht erhalten werden müssen.

Ein derartiges Problem tritt beispielsweise bei der Herstellung von Schaumpolystyrol auf. Eine wäßrige Suspension, die Styrolpolymerisate und unumgesetztes monomeres Styrol enthält, wird mit Treibmittel, z. B. Pentan, versetzt. Der DE-OS 32 02 159 ist zu entnehmen, daß die Produkteigenschaften des Schaumpolystyrols wesentlich durch den Rührvorgang beeinflußt werden. Die gute axiale Durchmischung macht sich hier besonderes positiv bemerkbar.

Ein anderes Anwendungsgebiet betrifft die Polymerisation von Suspensions-PVC. Hier kommt es unter bestimmten Umständen während der Polymerisation zur Bildung von Schaum auf der Oberfläche des Reaktionsansatzes. Bei Reaktoren, die mit Rückflußkühlern ausgestattet sind, setzt sich dieser Schaum auch im unteren Teil des Kühlers ab. Es kommt in der Folge zu Verlegungen, Materialschädigungen und zum Ausfall des Kühlers. Setzt man in dieser kritischen Phase der Polymerisation das soeben beschriebene Rührsystem ein, läßt sich die Bildung von Schaum vielfach ganz vermeiden.

Die nachfolgenden Versuche beziehen sich auf das in der DE-OS 32 02 159 beschriebene Verfahren zur Herstellung von feinteiligen, expandierbaren Styrolpolymerisaten. Die Abb. 1 zeigt einen erfindungsgemäßen Rührkessel. Die Drehrichtung des Rührers ist mit **4** bezeichnet.

55

Vergleichsbeispiel A

Das Beispiel 8 der DE-OS 32 02 159 zeigt, daß man unter Verwendung des in Abb. 1 dieser Schrift
 5 abgebildeten Rührkessel mit dem DAT-Rührsystem trombenfrei rühren und gute Produkteigenschaften
 erhalten kann. Allerdings ist man in diesem Fall auf einen Rührkessel mit zwei voneinander unabhängigen
 Rührern angewiesen. Dies ist vergleichsweise aufwendig.

Vergleichsbeispiel B

10 Das Beispiel 11 der DE-OS 32 02 159 zeigt, daß man unter Verwendung des in Abb. 1 dieser Schrift
 abgebildeten Rührkessels mit einem Pfaudler-Rührsystem bei niedrigen Füllhöhen Produkte unbefriedigen-
 der Qualität erhält.

Vergleichsbeispiel C

15 Das Beispiel 1 der DE-OS 32 02 159 zeigt, daß man unter Verwendung des in Abb. 2 dieser Schrift
 abgebildeten Rührkessels mit einem Pfaudler-Rührsystem bei einer Füllhöhe von 90 % ebenfalls Produkte
 unbefriedigender Qualität erhält.

Beispiel 1

20 Man setzt anstelle des in Beispiel 1 der DE-OS 32 02 159 beschriebenen Rührkessels mit dem
 Pfaudler-Rührsystem den erfindungsgemäßen Rührkessel ein. Es handelt sich um einen Impellerrührer, der
 vollständig in die Flüssigkeit eintaucht. Es werden 2 Stromstörer mit einem kreisförmigen Tragflächenprofil
 25 eingesetzt. Folgende Abmessungen wurden ermittelt:

V	=	40 l
D	=	350 mm
d	=	250 mm
n	=	120 Min ⁻¹
R ₁	=	50 mm
Alpha	=	20°

35 Selbst bei einer Füllhöhe von 90 % und dementsprechend hohen Rührdrehzahlen erhält man während
 des Rührens keine Trombe. Die Produktqualität entspricht der von Beispiel 1 (siehe Tabelle 1 auf Seite 14
 der DE-OS 32 02 159).

Patentansprüche

- 40 **1.** Rührkessel (1) zur homogenen Durchmischung von Flüssigkeiten mit Durchmesser D, der mit minde-
 stens einem verstellbaren Stromstörer (2) und einem radial fördernden Rührer (3), der in einem
 Abstand vom maximal D/2 vom Rührkesselboden entfernt angebracht ist, ausgestattet ist,
 dadurch gekennzeichnet,
 45 daß der bzw. die Stromstörer (2)
1. sich in der oberen Hälfte des Rührkessels befinden,
 2. in einem Abstand R₁ von der Rührkesselwand angebracht sind, wobei die Beziehung
- $$D/8 < R_1 < D/3$$
- 50 gilt,
3. eine Höhe h_s besitzen, wobei gilt 0,2 < h_s/D < 0,4 und
 4. die Form eines Tragflächenprofils aufweisen, d.h. in Form einer archimedischen Spirale oder in
 Form eines Teiles eines Kreisbogens gekrümmt sind.
- 55 **2.** Rührkessel nach Anspruch 1,
 dadurch gekennzeichnet,
 daß der Rührer ein Impellerrührer mit Untenantrieb ist.

3. Rührkessel nach den Ansprüchen 1 und 2,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Zahl der Stromstörer (2) 1 bis 4, vorzugsweise 2, beträgt.
- 5 4. Rührkessel nach den Ansprüchen 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
daß der Anströmquerschnitt des bzw. der Stromstörer (2) in Drehrichtung (4) rechteckig ist.
- 10 5. Verfahren zum Durchmischen von Flüssigkeiten unter Verwendung eines Rührkessels gemäß den
Ansprüchen 1 bis 4, wobei das Verhältnis zwischen Füllhöhe H_L und Durchmesser D größer als 1 ist.

Claims

- 15 1. A stirred vessel (1) for homogeneous mixing of liquids, having a diameter D , fitted with at least one
adjustable baffle (2) and a radially delivering stirrer (3) which is fitted at a distance of at most $D/2$ from
the bottom of the stirred vessel, characterised in that the baffle or baffles (2)
 1. is or are located in the upper half of the stirred vessel,
 2. is or are fitted at a distance R_1 from the wall of the stirred vessel, the relationship

20 $D/8 < R_1 < D/3$

applying,

3. has or have a height h_s , with $0.2 < h_s/D < 0.4$, and

4. has or have the form of an aerofoil profile, i.e. is or are curved in the form of an Archimedean

25 screw or in the form of part of a circular arc.
2. A stirred vessel according to claim 1, characterised in that the stirrer is a bottom-driven impeller stirrer.
- 30 3. A stirred vessel according to either of claims 1 and 2, characterised in that the number of baffles (2) is
1 to 4, preferably 2.
4. A stirred vessel according to any of claims 1 to 3, characterised in that the flow impact cross-section of
the baffle or baffles (2) is rectangular in the direction of rotation (4).
- 35 5. A process for mixing liquids, using a stirred vessel according to any of claims 1 to 4, the ratio of the
filling height H_L and diameter D being greater than 1.

Revendications

- 40 1. Récipient agitateur (1), pour le mélange homogène à coeur de liquides, de diamètre D , qui est équipé
d'au moins un perturbateur (2) d'écoulement réglable et d'un agitateur (3) à refoulement radial qui est
disposé éloigné d'une distance de $D/2$ au maximum du fond du récipient agitateur,
caractérisé par le fait que le ou les perturbateur(s) (2) d'écoulement :
 1. se trouve(nt) dans la moitié supérieure du récipient agitateur
 - 45 2. sont disposés à une distance R_1 de la paroi du récipient agitateur, la relation

 $D/8 < R_1 < D/3$

étant à prendre en considération, et

50 3. possède(nt) une hauteur h_s , la relation

 $0,2 < h_s / D < 0,4$

étant à prendre en considération, et

55 4. présente(nt) la forme d'un profil de surface portante, c'est-à-dire sont incurvés en forme d'une
spirale d'Archimède ou en forme d'une partie d'un arc de cercle.

2. Récipient agitateur selon la revendication 1,
caractérisé par le fait que l'agitateur est un agitateur à pales à entraînement inférieur.

5 3. Récipient agitateur selon les revendications 1 et 2,
caractérisé par le fait que le nombre des perturbateurs d'écoulement (2) est de 1 à 4, de préférence de 2.

10 4. Récipient agitateur selon les revendications 1 à 3,
caractérisé par le fait que la section transversale d'écoulement du ou des perturbateur(s) (2) d'écoulement est rectangulaire dans le sens de rotation (4).

15 5. Procédé pour le mélange de liquides avec utilisation d'un récipient agitateur selon les revendications 1 à 4,
caractérisé par le fait que le rapport entre la hauteur H_L de remplissage et le diamètre D est supérieur à 1.

20

25

30

35

40

45

50

55

