

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro

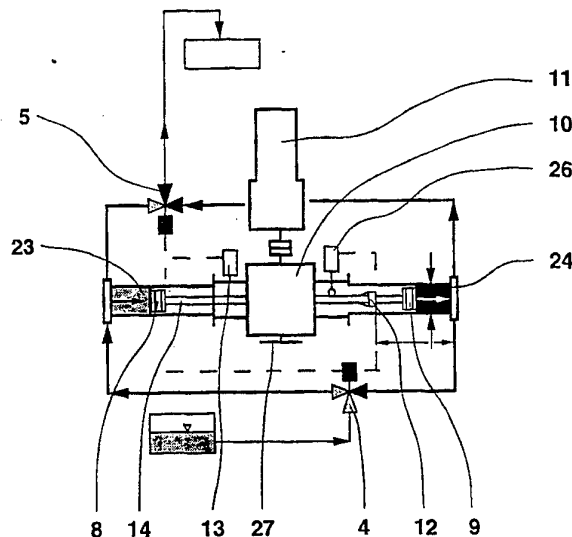


INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<p>(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : F04B 15/02, 7/00, 9/10, 1/02</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 95/03491 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 2. Februar 1995 (02.02.95)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP94/02267 (22) Internationales Anmeldedatum: 11. Juli 1994 (11.07.94) (30) Prioritätsdaten: P 43 24 777.6 23. Juli 1993 (23.07.93) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BAYER AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D-51368 Leverkusen (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JÄHN, Peter [DE/DE]; Straßburger Strasse 23b, D-51375 Leverkusen (DE). SCHMID, Otto [DE/DE]; Am Weiher 20, D-51379 Leverkusen (DE). SCHMIDT, Adolf [DE/DE]; Roggen- dorfstrasse 67, D-51061 Köln (DE). (74) Gemeinsamer Vertreter: BAYER AKTIENGE- SELLSCHAFT; D-51368 Leverkusen (DE).</p>	<p>(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p>	

(54) Title: CONTINUOUS CONVEYING PROCESS AND DEVICE FOR SHEAR-SENSITIVE FLUIDS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM KONTINUIERLICHEN FÖRDERN SCHEREMPFLINDLICHER FLUIDE



(57) Abstract

A process is disclosed for continuously conveying shear-sensitive fluids, in particular polymer lattices or plastic dispersions when sampling, processing and measuring samples. Also disclosed is a device for carrying out the process, as well as a new double-long-stroke reciprocating piston pump.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide, insbesondere von Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen in Verbindung mit einer Probenahme, Probenaufbereitung und Probenmessung, eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens sowie eine neue Doppellanghubkolbenpumpe.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	GA	Gabon	MR	Mauretanien
AU	Australien	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BB	Barbados	GE	Georgien	NE	Niger
BE	Belgien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BJ	Benin	IE	Irland	PL	Polen
BR	Brasilien	IT	Italien	PT	Portugal
BY	Belarus	JP	Japan	RO	Rumänien
CA	Kanada	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SI	Slowenien
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kasachstan	SK	Slowakei
CM	Kamerun	LI	Liechtenstein	SN	Senegal
CN	China	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
ES	Spanien	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	ML	Mali	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MN	Mongolei	VN	Vietnam

Verfahren und Vorrichtung zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scheremp-
5 pfindlicher Fluide, insbesondere von Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen,
eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens sowie eine neue Doppellang-
hubkolbenpumpe.

Es ist bekannt, daß Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen bei Scherbe-
anspruchung z.B. bei der Förderung leicht koagulieren können, d.h. aus den
10 feindispersen Fluiden scheiden sich feste Massen (Koagulat) aus, welche För-
derorgane und Rohrleitungen belegen oder verstopfen können. An Meßfühlern
aller Art, die in den Latex tauchen oder mit Latex in Berührung kommen, kann
sich dieses Koagulat ebenfalls absetzen und laufende Messungen verfälschen oder
verhindern. Besonders Latices, welche aus Rücksicht auf die Produktqualität mit
15 einem Minimum an Emulgator hergestellt werden müssen, neigen sehr leicht zur
Koagulatbildung.

Bekannte Fördereinrichtungen sind Kreisel-, Membran- oder Kolbenpumpen,
Kreiselumpen bestehen aus Stator (Gehäuse) und Rotor (Laufgrad). Durch die
hohe Drehzahl des Laufgrades wird das zu fördernde Produkt von der Rotormitte
20 (Drehpunkt) radial beschleunigt und durch die entsprechenden Zentrifugalkräfte am
äußeren Durchmesser des Laufgrades durch den Druckstutzen des Gehäuses
gedrückt. In der Regel benötigen Kreiselumpen eine Drehzahl von größer
500/Min. Bei kleinerer Drehzahl erfolgt mit diesem System keine Produkt-
förderung mehr. Aufgrund der Konstruktionsmerkmale besitzen Kreiselumpen
25 große Totraumvolumina und sind nicht selbstansaugend.

Membran- und Kolbenpumpen sind Verdrängerpumpen, die bei niedrigeren
Frequenzen arbeiten als Kreiselumpen. Die niedrigste Frequenz liegt bei
30 Hüben/Min. Die Förderbewegung des Kolbens bzw. der Membran, die an-

triebsseitig auch durch einen Kolben bewegt wird, ist stoßartig, es kommt zu Pulsationen, so daß man bei der Kurzzeitbetrachtung nicht von einer kontinuierlichen Produktförderung bzw. -transport sprechen kann. Die Pulsation ist druckabhängig und wirkt sich auf die Förderkonstanz und Dosiergenauigkeit aus.

- 5 Langhubkolbenpumpen sind als Einhubkolbenpumpen bekannt, aber für das kontinuierliche Dosieren von kleinen Mengen ungeeignet und zu teuer. (Siehe Menges, Recker, Carl-Hanser-Verlag; München, Wien; 1986, Automatisieren in der Kunststoffverarbeitung S. 318-320).

- Nachteilig bei diesen Fördergeräten ist, daß z.B. Kreiselpumpen nur bei hoher
- 10 Drehzahl fördern und Druck aufbauen können. Durch die hohen Umfangsgeschwindigkeiten am Rotor werden an den Pumpenkopfspalten Produktteilchen sehr stark geschert, so daß eine Teilchenveränderung erfolgt. Durch ein hohes Totraumvolumen ist eine Kreiselpumpe zum Fördern von kleinen Produktmengen mit anschließender Probenahme ungeeignet. Es ist z.B. nicht möglich, eine
- 15 repräsentative Probenmenge von z.B. 10 ml aus einem Reaktor zu entnehmen und daraus auf Reaktionsverhältnisse im eigentlichen Reaktor zu schließen. Kolben- bzw. Membranpumpen arbeiten bei zu hohen Hubfrequenzen und haben aufgrund ihrer Konstruktionsmerkmale viele enge Spalten, in denen es zu Produkt- oder Teilchenschern kommt. Zusätzlich produktverändernd wirkt auch die nicht
- 20 konstante Geschwindigkeit der Verdrängerelemente. Die ungleichmäßige Fördergeschwindigkeit verursacht an produktberührten Rohrleitungen bzw. Pumpenkopfteilen unterschiedliche Reibungskräfte, die im Mikroteilchenbereich Produktscherung verursachen. Die Verweilzeit des Produkts im Pumpenkopf ist bei den bekannten Pumpenkonstruktionen nicht endlich bzw. nicht genau definiert, da alle
- 25 Pumpenköpfe ein hohes Totraumvolumen besitzen. Es bleiben große Anteile eines Saughubvolumens lange Zeit im Pumpenkopf, mit jedem neuen Saughub erfolgt nur eine Teilvermischung mit altem Produkt, so daß Produktteilchen über lange Zeit einer Scherbeanspruchung unterworfen werden. Ein weiterer Nachteil ist, daß die Kolben- bzw. Membranpumpen keine zwangsgesteuerten Ventile (Kugelhähne)
- 30 besitzen, die je nach Saug- oder Druckvorgang einen großen, freien Querschnitt öffnen. Weiter nachteilig wirkt sich das nicht Synchronlaufen von Saug- und Druckvorgang aus. Bei diesen Pumpenkonstruktionen ist ein absolutes synchrones

Arbeiten von Saug- und Druckseite nicht möglich, selbst wenn eine Besserung in der Förderung durch Mehrfachköpfe teilweise erreicht werden kann. Die Einzelvorgänge, die im einzelnen Pumpenkopf betrachtet werden müssen, sind aufgrund der Rotationsbeschleunigung des Steuergetriebes und der damit verbundenen Umsetzung von Rotation- in Hubbewegung immer ungleichmäßig und
5 Grund für die primäre Pulsation im Förderstrom.

Ein weiterer Nachteil bei bekannten Pumpenkonstruktionen ist, daß bei kleiner werdenden Volumenstrom der Totraum im Pumpenkopf größer wird. Das heißt, daß der eigentliche fördernde Verdrängerkörper seinen Arbeitsweg proportional der
10 Fördermenge verändert.

Einkolbenpumpen bauen sehr groß, sind sehr teuer und arbeiten nicht kontinuierlich. Die Konstruktionen lassen ein Selbstansaugen nicht zu, so daß zusätzlich saugseitig Pumpen benötigt werden. Ihr großes Totraumvolumen macht sie z.B. für Probennahmen nicht tauglich. Selbst bei denkbaren Zwillingskolbenpumpen ist ein
15 synchrones Arbeiten von Saug- und Druckvorgang nicht möglich.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, scherempfindliche Fluide, insbesondere Polymerdispersionen, kontinuierlich, pulsationsarm und schonend zu fördern, so daß die Fluide in ihrem Phasenzustand durch die Förderung unbeeinflusst bleiben, und insbesondere bei Dispersionen keine Phasentrennung oder Koagulation erfolgt.
20 Insbesondere soll ermöglicht werden, einen Polymerlatex aus einem Reaktor in eine Umpumpschleife und zurück zu fördern, wobei die Bildung von Koagulat oder Teilchenneubildung vermieden wird. Der Erfindung liegt ferner die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung bereitzustellen, die diese Förderung schonend und über einen langen Zeitraum störungsfrei und betriebssicher ermöglicht. Insbesondere
25 soll die Vorrichtung ermöglichen, das Fluid zwischen verschiedenen Anlagenteilen, z.B. einem Reaktor und einer Meßschleife mit unterschiedlichen Druckverhältnissen, schonend hin und her zu überführen. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Fluid mittels einer tottraumfreien, pulsationsarmen Doppellanghubkolbenpumpe angesaugt und gepumpt wird und im
30 durchflossenen Leitungssystem tottraumfreie Ventile zum Einsatz kommen. Diese Doppellanghubkolbenpumpe sitzt z.B. in einer Druckschleife, wobei durch eine

Schleuse oder ein Überströmventil, welches als verbindendes Element zu einem parallel angeordneten Meßkreis mit anderem Druckniveau dient, eine definierte Probenmenge überführt wird und im parallelen Meßkreis von einer zweiten Langhubkolbenpumpe gleicher Bauart den eigentlichen On-line-Meßgeräten zugeführt wird.

5
10
15
20
25
30

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide, insbesondere von Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen, mit einer Viskosität bis 100.000 mPa.s bei einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid über wenigstens ein tottraumfreies Ventil von einem Kolben einer Doppellanghubkolbenpumpe angesaugt wird, während synchron Fluid aus dem zweiten Kolbenraum ebenfalls über wenigstens ein weiteres tottraumfreies Ventil zur Förderseite abgegeben wird und nach vollständiger Entleerung des zweiten Kolbenraumes das erste Ventil abgabeseitig geöffnet und ansaugseitig geschlossen wird, während das zweite Ventil abgabeseitig geschlossen und ansaugseitig geöffnet wird und synchron die Bewegungsrichtung der Kolben umgekehrt wird. Eine bevorzugte Ausführungsform ist dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid in einer Umpumpschleife gefördert wird, die an einen Reaktor angekoppelt ist. In dieser Umpumpschleife oder parallel zu dieser können sich Meßfühler bzw. Sensoren oder Einbauten befinden. Beispiele für solche Meßfühler sind Temperaturmeßfühler, pH-Elektroden, Leitfähigkeitselektroden, NIR-Lichtleitersonden, schwingende U-Rohre für Dichtemessungen, Refraktometer, Ultraschallmeßköpfe oder Vorrichtungen zur Kalorimetrie. Die genannten Meßfühler bzw. Meßgeräte werden durch das im Kreis geführte Fluid (z.B. ein Latex) nicht belegt oder verstopft. Es ist grundsätzlich möglich, in die Umpumpschleife weiter Vorrichtungen zur Durchmischung, wie Statikmischer oder Wärmetauscher, einzubringen, welche aufgrund der stetigen pulsationsfreien und gering scherbeanspruchenden Fördervorrichtung nicht belegt oder verstopft werden. Eine weitere bevorzugte Variante des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid durch ein Überströmventil oder eine Schleuse in einen Bereich verminderten Drucks (z.B. eine sekundäre Umpumpschleife) geleitet wird. Besonders bevorzugt ist eine Variante dieses Verfahrens, bei der das Überströmventil bzw. die Schleuse als Kopplung zwischen Primär- und Sekundärumpumpkreislauf geschaltet ist. Mit dieser Variante ist es möglich,

definierte Probenvolumina des Fluids aus der Hauptfließleitung bzw. einem primären Umpumpkreislauf abzuzweigen und z.B. einer Messung unter vermindertem Druck zuzuführen.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines in den Zeichnungen dargestellten
5 Ausführungsbeispiels beispielhaft näher erläutert.

Es zeigen

Fig. 1 Schema der erfindungsgemäßen Förderung von scherempfindlichen Fluiden

Fig. 2 schematische Abbildung des Förderverfahrens als Teil einer Umpumpschleife und zum Auskoppeln von Polymerisat

10 Fig. 3 Aufbau der erfindungsgemäßen Doppellanghubkolbenpumpe in einer Seitenansicht

Fig. 4 erfindungsgemäße Doppellanghubkolbenpumpe in Draufsicht.

An einen Reaktor 1 zur Emulsionspolymerisation von Butadien, der unter einem Druck von > 5 bar arbeitet, ist eine Umpumpschleife 2 geschaltet, die eine neue
15 Doppellanghubkolbenpumpe 3 mit zwangsgesteuerten Ein- bzw. Ausgangsventilen 4, 5 als Fördervorrichtung enthält sowie ein Überstromventil 6, welches den primären Kreislauf 2 mit dem sekundären Kreislauf 7 verbindet. Die neu entwickelte Doppellanghubkolbenpumpe ist in den Figuren 3 und 4 abgebildet. Ihre beiden Kolben 8 und 9 werden über ein Winkelhubgetriebe 10 mit vorge-
20 schaltetem Regelgetriebe 11 angetrieben. Das Hubvolumen der Pumpenköpfe läßt sich durch einen Ring 12 einstellen, der gleichzeitig die Aufgabe übernimmt, einen Kontaktschalter 13 für die Drehrichtungsänderung und für die Umschaltung der Armaturen zu betätigen. Doppelte Dichtungen und Stützringe sind am Kopf jedes
25 Kolbens zum Gehäuse abdichtend plaziert. Die Kopfdichtung der Kolben ermöglicht die Gestaltung eines tottraumarmen Pumpenkopfes unabhängig von der Hubvolumenmenge. Das angesaugte Produktvolumen wird quantitativ aus dem Pumpenkopf während des Förderns verdrängt. Während einerseits das Reaktionsgemisch durch den Kolben 23 beispielsweise langsam angesaugt wird, drückt der entgegengesetzte Kolben 24, der über die gleiche Spindel 14 geführt ist
30 wie Kolben 23, vorher angesaugtes Reaktionsgemisch quantitativ aus dem

- Pumpenkopf. Die erfindungsgemäße Doppellanghubkolbenpumpe ist selbstansaugend und selbstbelüftend bei einer Pulsationsfrequenz von weniger als 10 Hub pro Minute. Der Totraum der Pumpe beträgt weniger als 1 % des Pumpenkopfvolumens. Es ist möglich, mit der Pumpe bei einem Druck bis 300 bar und
- 5 einer Temperatur von -100 bis +250° C zu arbeiten. Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Pumpe können auch feststoffhaltige Fluide gepumpt werden, wenn die Sedimentationszeit des Feststoffs größer ist als die Verweilzeit des Fluids im Pumpenkopf. In einer bevorzugten Ausführung weist die Spindel der Pumpe eine zusätzliche Verdrehsicherung auf.
- 10 Die Doppellanghubkolbenpumpe 3 ermöglicht, eine Teilstrommenge des Reaktionsvolumens aus dem Reaktor 1 ständig produktschonend umzupumpen. Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung wurden 100 ml/h Butadien-Polymerisat über 100 h bei einem Druck von 5 bar und einer Temperatur von 50°C ohne Ablagerung oder Koagulatbildung umgepumpt.
- 15 Die Umpumpschleife 2 ist in einer bevorzugten Ausführung über ein Überstromventil 6 mit einem Vakuumgefäß 13 verbunden. Das Überstromventil 6 verhindert eine spontane Entspannung der flüssigen Monomere, die in der Probenmenge enthalten sind. Es wird dadurch eine unkontrollierte Schaumbildung verhindert. Das Vakuumgefäß 13 hat ein definiertes Volumen und wird über eine
- 20 Steuerung auf einen vorgewählten Unterdruck, z.B. 50 mbar, evakuiert. Ist der Unterdruck erreicht, schaltet die Steuerung ein in der Umpumpschleife befindliches Ventil 25 in Zustellung, so daß die Doppellanghubkolbenpumpe 3 das definierte Volumen gegen das in Zustellung befindliche Ventil 25 pumpt und den Systemdruck in der Umpumpschleife erhöht. Das Überstromventil 6 läßt die
- 25 Probenmenge bei einem vorher eingestellten Druck, der über dem Reaktordruck liegt, in das Vakuumgefäß passieren. Sobald die Probenmenge aus der Umpumpschleife geschleust ist, gibt die Steuerung den Befehl, das Ventil 25 zu öffnen, so daß der Umpumpkreislauf wieder in Betrieb gesetzt wird. Die eingespritzte Probe erzeugt im Vakuumgefäß, welches aus einem geeichten,
- 30 zylindrischen Meßgefäß 13 und einem Ausgleichsgefäß 15 besteht eine Druckerhöhung. Das Ausgleichsgefäß ist bevorzugt so ausgelegt, daß bei Entspannung eines niedrigsiedenden Bestandteils des mehrphasigen Fluids der max.

entstehende Druck 1 bar absolut nicht übersteigt. Die Druckerhöhung wird wiederum verstärkt durch verdampfende Bestandteile der Probe. Verändert sich nach einer gewissen Zeit (z.B. < 30 min) der Druck im Meßgefäß nicht mehr, so wird die Druckdifferenz berechnet und zusammen mit der Temperatur, dem

5 Volumen der Probe und dem Volumen des Vakuumbehälters die Monomerkonzentration bestimmt und damit Rückschluß auf die derzeitige Produktzusammensetzung im Reaktor getroffen. Ist der druckerzeugende Bestandteil der Reaktorprobe isoliert, wird die verbleibende, nicht verdampfte Probenmenge automatisch mit der vorgegebenen Sollprobenmenge verglichen. Ist das gemessene

10 Probenvolumen unter dem Sollwert wird erneut das Vakuumgefäß evakuiert und eine weitere Probe von der Doppellanghubkolbenpumpe angefordert. Dieser Teilvorgang wiederholt sich so lange, bis die ausreichende Probenmenge erreicht ist. Anschließend wird das Vakuumgefäß 13 mit Inertgas belüftet und der Rest der Probe in eine Meßschleife gepumpt. Der Meßkreis 7 ist mit einer Ein-

15 fachlanghubkolbenpumpe 16 ausgerüstet um Meßsensoren mit Produkt zu versorgen. Die Einfachlanghubkolbenpumpe ist wie die Doppellanghubkolbenpumpe mit zwangsgesteuerten Ventilen 17 bzw. 18 ausgerüstet. Ist die isolierte Probe aus dem Vakuumgefäß abgesaugt, schalten die Ventile 17, 18 auf den eigentlichen Meßkreis um. Dadurch wird das Vakuumgefäß zwischen Ventil 6 und

20 Ventil 17 vom übrigen Verfahren zwischenzeitlich ausgeklammert. Jetzt kann automatisiert ein Reinigungsvorgang der Entgasungszelle, bestehend aus Spül- und Trockenvorgang, parallel zum anderen automatisierten Prozeß ablaufen. Der Spülvorgang ist bei vorangeschalteten Probenaufarbeitungsvorgängen notwendig um produktbenetzte Teile zu reinigen, damit bei Folgemessungen keine

25 Meßwertverfälschungen erfolgen. Der Spül- und Trocknungsvorgang wird durch die Ventile 20 bzw. 21 eingeleitet. Nachdem die Spülflüssigkeit in das Vakuumgefäß eingeleitet wurde öffnet das Ventil 22, um die eingeschleuste Spülmittelmenge in ein angekoppeltes Auffanggefäß abfließen zu lassen. Der Spülvorgang kann wahlweise nach Produkteigenschaften mehrmals wiederholt werden. Nach

30 Beendigung des Spülens erfolgt ein Trocknungsvorgang, der durch das Ventil 21 eingeleitet wird. Der Trocknungsvorgang ist nur dann erforderlich, wenn die restliche Spülflüssigkeitsmenge, die an inneren Wandungen haftet, nicht durch das anschließende Evakuieren verdampft und dadurch den Ausgangsmeßwert für die Ermittlung des Niedersieders verfälscht. In dieser Meßschleife können weitere

Analysen- oder Meßgeräte eingebaut werden, um unterschiedliche Eigenschaften der entgasten Probe zu bestimmen.

- Der gemessene Probenrest kann über ein weiteres Drei-Wege-Ventil aus der Meßschleife in die Umpumpschleife 2 zugeführt werden und damit in den Reaktor als Saatpolymer zurückgeführt werden. Die Förderung des Polymerisats in der Meßschleife wird bevorzugt ebenfalls mit Hilfe einer weiteren erfindungsgemäßen Fördereinrichtung, insbesondere mit Hilfe einer zweiten erfindungsgemäßen Pumpe vorgenommen. Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich, eine vollautomatische Probennahme und Bestimmung der aktuellen Monomerkonzentration während einer Druckpolymerisation durch die genannte Druckdifferenzmessung zu erreichen. Die hierbei ermittelte Monomerkonzentration kann als Steuergröße für die Dosierung von Monomer- bzw. Initiatorzugabe verwendet werden. Als besonderer Vorteil erweist sich, daß das gemessene Polymerisat aufgrund der schonenden Förderung und der weiteren Behandlung, z.B. in der Meßschleife, dem Reaktionsgemisch im Reaktor wieder zugeführt werden kann, ohne Beeinträchtigung der Produktqualität. Eine Variante zur Überführung von Polymerisat in die Meßschleife besteht darin, ein definiertes, mit Reaktionsgemisch gefülltes Volumen der Umpumpschleife 2 abzusperren und im gleichen Augenblick einen Schleifenumgang zu öffnen, so daß der Produktstrom in der Umpumpschleife nicht unterbrochen wird. Die unter Druck stehende Menge Reaktionsgemisch in der Schleuse wird dann spontan in das Vakuumgefäß entleert. Anschließend wird die Schleuse wieder in den Reaktionsgemischstrom geschaltet und die Schleifenumgehung geschlossen. Die Schleuse ersetzt hierbei das Überstromventil 6.
- Es ist möglich, die Entmonomerisierung oder Aufbereitung des Reaktionsgemisches im Vakuumgefäß durch mehrfaches Evakuieren und anschließendes Belüften mit Inertgas zu vervollständigen, wobei Lichtschranken als Schaumwächter z.B. bei schäumenden Produkten eingesetzt werden können.

Typische Messungen, z.B. an entmonomerisiertem Latex im Zuge der Meßschleife, sind Dichte-, Brechzahl-, NIR-, Ultraschall-, pH- und Leitfähigkeitsmessungen. Des weiteren können an definiert verdünnten, entmonomerisiertem Latex Licht-

extinktionsmessungen (gegebenenfalls bei verschiedenen Wellenlängen) oder eine Teilchengrößenbestimmung mit Hilfe der Laserkorrelationspektroskopie durchgeführt werden. Durch eine Kombination der Informationen aus diesen Messungen wird es möglich, bei laufender Reaktion die Kinetik der Polymerisation zu
5 bestimmen und eine Prozeßsteuerung durchzuführen.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine pulsationsarme tottraumfreie Doppel-
langhubkolbenpumpe mit einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h zur För-
derung von scherempfindlichen Fluiden mit einer Viskosität bis 100.000 mPa's
aufweisend zwei Kolben 8,9 auf einer gemeinsamen Antriebsspindel 14 einem
10 Winkelhubgetriebe 10 mit vorgeschaltetem Regelgetriebe 11 oder einem hydraulischen
Getriebe zum Antrieb der Kolben 8,9 einen Ring 12 zum Einstellen des
Hubvolumens der Pumpenköpfe 23, 24 einem Kontaktschalter 26 für die Dreh-
richtungsänderung einer Initiatorscheibe 27 sowie doppelten Dichtungen am Kopf
der Kolbenräume.

15 Der Antrieb der Pumpe erfolgt z.B. über ein Untersetzungsgetriebe mit in Reihe
geschaltetem Winkelhubgetriebe, welches die Drehbewegung in eine rotationsfreie
Hubbewegung der Kolben 8, 9 umsetzt. Das hat den Vorteil, daß der Saug- und
Druckkolbenkopf auf einer Spindel montiert werden und die Doppelkolbenpumpe
kontinuierlich fördern kann. Durch diese Anordnung fahren Druck- bzw.
20 Saugkolben absolut synchron. Jeweils die Produkt abgewandte Seite des jeweiligen
Saugkolbenkopfes löst den Schalter aus, um vom Druckvorgang auf den
Saugvorgang umzuschalten. Die Konstruktion kann auch so ausgelegt werden, daß
anstatt des Saugkopfes der Druckkopf die Umschaltung auslöst. In dem Fall müßte
der Schaltsensor nicht getriebeseitig sondern pumpenkopfseitig plaziert werden.
25 Die Hubstange, die eine Gewindestange ist (Kolbenstange), auf der die beiden
Kolbenköpfe sitzen, ist beispielsweise mit einer axialverlaufenden Nut versehen, in
die bevorzugt eine Verdrehsicherung eingreift, um eine Rotation der Hubstange zu
vermeiden. Der Kolbenkopf ist zum Kolbengehäuse mit mindestens einer
elastischen Dichtung und mindestens einem Führungsring versehen, so daß das
30 angesaugte Produkt auch vollständig beim Druckvorgang aus dem Kolben-
kopfgehäuse verdrängt werden kann.

Saug- und Druckkammer sind z.B. über zwei Kapillaren, in denen zwei zwangsgesteuerte Drei-Wege-Ventile (Kugelhähne) (4, 5), plaziert sind, miteinander verbunden. Die Drei-Wege-Ventile sorgen für eine Trennung der beiden Kammern. Anstatt der zwei Drei-Wege-Ventile können auch vier Einzelventile vorgesehen
5 werden. Vorzugsweise bestehen die Ventile aus Kugelhähnen, um einen scherungsfreien Produktdurchgang zu gewährleisten. Jeder Kolben hat eine Produkteintrittsöffnung und eine -austrittsöffnung, sie sind vertikal untereinander angeordnet, der Eintritt unten und der Austritt oben, um eine Selbstbelüftung und ein Selbstansaugen der Pumpe zu ermöglichen. In einer besonderen Ausführungsform wird eine Teleskopspindel (längenverstellbare Spindel) eingesetzt, um
10 bei kleinsten Hubvolumenmengen einen Pumpkreislauf erzeugen zu können und das Restvolumen klein zu halten. Die Doppellanghubkolbenpumpe kann unabhängig von der Fördermenge den Pumpenkopf restlos entleeren. Aufgrund der extrem niedrigen Hubfrequenz (z.B. max. 2 Hübe pro Minute) entsteht eine pulsationsarme Produktförderung, das Produkt wird laminar gefördert, es entsteht
15 eine Pfropfenströmung in den Kapillaren oder Rohrleitungen. Die laminare Förderung eines Produkts ist bei konstantem Druck Voraussetzung für den scherungsfreien Transport von Latices. Vorzugsweise sollte der Pumpenantrieb und das Pumpenkopfvolumen so ausgelegt werden, daß ein Schaltzyklus größer 5
20 Minuten eingehalten wird. Dadurch wird ein scherungsfreies Pumpen z.B. der Polymerlatices bzw. Kunststoffdispersionen gewährleistet. Diese Frequenzmerkmale beschreiben ein pulsationsfreies (-armes) Förderungssystem, welches scherpempfindliche Produkte über lange Zeit pumpen kann.

Aufgrund der einfachen Konstruktion kann die Pumpe Kleinstmengen, ab 10 ml/h
25 kontinuierlich fördern, oder auch definierte Mengen im ml-Bereich ansaugen und als Probennehmer bei diskontinuierlichen bzw. kontinuierlichen Prozessen eingesetzt werden. Die Pumpe kann als Schleuse fungieren, weil Druck- und Saugseite voneinander getrennt sind, sie kann Produktmengen aus einem Unterdruck- bzw. Überdruckbereich in einem Unterdruck- bzw. Überdruckbereich überführen. Auf-
30 grund der tottraumfreien Ausführung erfolgt keine Rückvermischung mit zeitlich älteren Produktmengen.

Ein besonderer Vorteil des Verfahrens mit der Doppellanghubkolbenpumpe ist, daß mit der eingestellten Probenmenge von z.B. 10 ml, eine definierte Produktmenge pro Hub gefördert wird und zu einem beliebigen Zeitpunkt z.B. in einen Meßkreislauf überführt werden kann. Diese Probenmenge bzw. der max. Hubweg
5 ist mit einer Stellmutter auf der Kolbenspindel im Inneren des Kolbengehäuses einstellbar.

Die Kolbenköpfe und Pumpengehäuse können aus geeigneten metallischen und/oder nichtmetallischen Werkstoffen bestehen. In besonderen Ausführungsformen kann auch das Kolbengehäuse mit Glas- oder Keramikhülsen ausgekleidet
10 werden. Das Kolbengehäuse kann auf einfache Weise beheizt oder gekühlt werden.

Aufgrund der Trennung von Druck- und Saugseite können zwischen diesen beliebigen positive oder negative Druckdifferenzen bestehen. Die Pumpe kann bei einer Temperatur von -100°C bis $+200^{\circ}\text{C}$ betrieben werden. Üblich ist es, die Pumpe in einem Temperaturbereich von etwa -20 bis $+150^{\circ}\text{C}$, im Falle von
15 Latices im Bereich von $+2$ bis $+100^{\circ}\text{C}$ einzusetzen. Das Verhältnis von Hubvolumen zu Restvolumen im Pumpenkopf, welches ein Maß für die Totraumfreiheit ist, beträgt bevorzugt kleiner als 1 %.

Patentansprüche

1. Verfahren zum kontinuierlichen Fördern scherempfindlicher Fluide mit einer Viskosität bis 100.000 mPa·s bei einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid über wenigstens ein
5 tottraumfreies, zwangsgesteuertes Ventil (4) von einem Kolben (8) einer Doppellanghubkolbenpumpe (3) angesaugt wird, während synchron Fluid mit dem zweiten Kolben (9) aus dem zweiten Kolbenraum (24) ebenfalls über wenigstens ein weiteres tottraumfreies, zwangsgesteuertes Ventil (5)
10 zur Förderseite abgegeben wird und nach vollständiger Entleerung des zweiten Kolbenraums (24) das Ventil (4) abgabeseitig geöffnet und ansaugseitig geschlossen wird, während Ventil (5) abgabeseitig geschlossen und ansaugseitig geöffnet wird und synchron die Bewegungsrichtung der Kolben (8, 9) umgekehrt wird, wobei die Kolben (8) und (9) auf einer Spindel (14) sitzen.
- 15 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das scherempfindliche Fluid in einer Umpumpschleife (2) gefördert wird, die an einen Reaktor (1) angekoppelt ist.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das
20 scherempfindliche Fluid ein Polymerlatex oder eine Kunststoffdispersion ist.
4. Verfahren gemäß Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluid über ein Überstromventil (6) oder eine Schleuse, die zwischen den Umpumpkreislauf (2) und einen Bereich verminderten Drucks geschaltet sind, in den Bereich verminderten Drucks gepumpt wird.
- 25 5. Verfahren gemäß den Ansprüchen 3 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Bereich verminderten Drucks Teil einer Meßschleife (7) ist, die parallel zur Umpumpschleife (2) geführt ist und als Meßeinrichtungen wenigstens ein geeichtes Vakuumgefäß mit Druckmeßgerät zur Bestimmung Monomerkonzentration des Polymerlatex aufweist.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, aufweisend eine Doppellanghubkolbenpumpe (3), mindestens ein tottraumfreies Drei-Wege-Ventil (4), das über einen Kontaktschalter (26) der Doppellanghubkolbenpumpe (3) zwangsgesteuert ist und mindestens ein tottraumfreies
5 Drei-Wege-Ausgangsventil (5), welches ebenfalls über einen Kontaktschalter (26) der Doppellanghubkolbenpumpe (3) zwangsgesteuert ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß sie in eine Umpumpschleife (2) geschaltet ist, die an einen Reaktor (1) angekoppelt ist.
- 10 8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7 mit einem Überströmventil (6) oder einer Schleuse auf der Abgabeseite der Fördereinrichtung in der Umpumpschleife zur Überführung von Fluid in einen Bereich verminderten Druckes.
9. Pulsationsarme tottraumfreie Doppellanghubkolbenpumpe mit einer Förderleistung von 10 ml/h bis 100 l/h zur Förderung von scherempfindlichen
15 Fluiden mit einer Viskosität bis 100.000 mPa·s aufweisend zwei Kolben (8, 9) auf einer gemeinsamen Antriebsspindel (14), einem Winkelhubgetriebe (10), mit vorgeschaltetem Regelgetriebe (11) zum Antrieb der Kolben (8, 9), einem Ring (12) zum Einstellen des Hubvolumens der Pumpenköpfe (23, 24), einem Kontaktschalter (26) für die Drehrichtungsänderung, einer
20 Initiatorscheibe (27) sowie doppelte Dichtungen am Kopf der Kolben (23, 24).
10. Doppellanghubkolbenpumpe gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Spindel (14) eine Verdrehsicherung aufweist.
11. Doppellanghubkolbenpumpe gemäß den Ansprüchen 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Spindel (14) eine Teleskopspindel ist und die
25 Stellmutter (12) ersetzt.
12. Doppellanghubkolbenpumpe gemäß den Ansprüchen 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Kolbenbewegung anstelle des Winkelhubgetriebes

(10) mit vorgeschaltetem Regelgetriebe (11) über eine Hydraulik gesteuert wird.

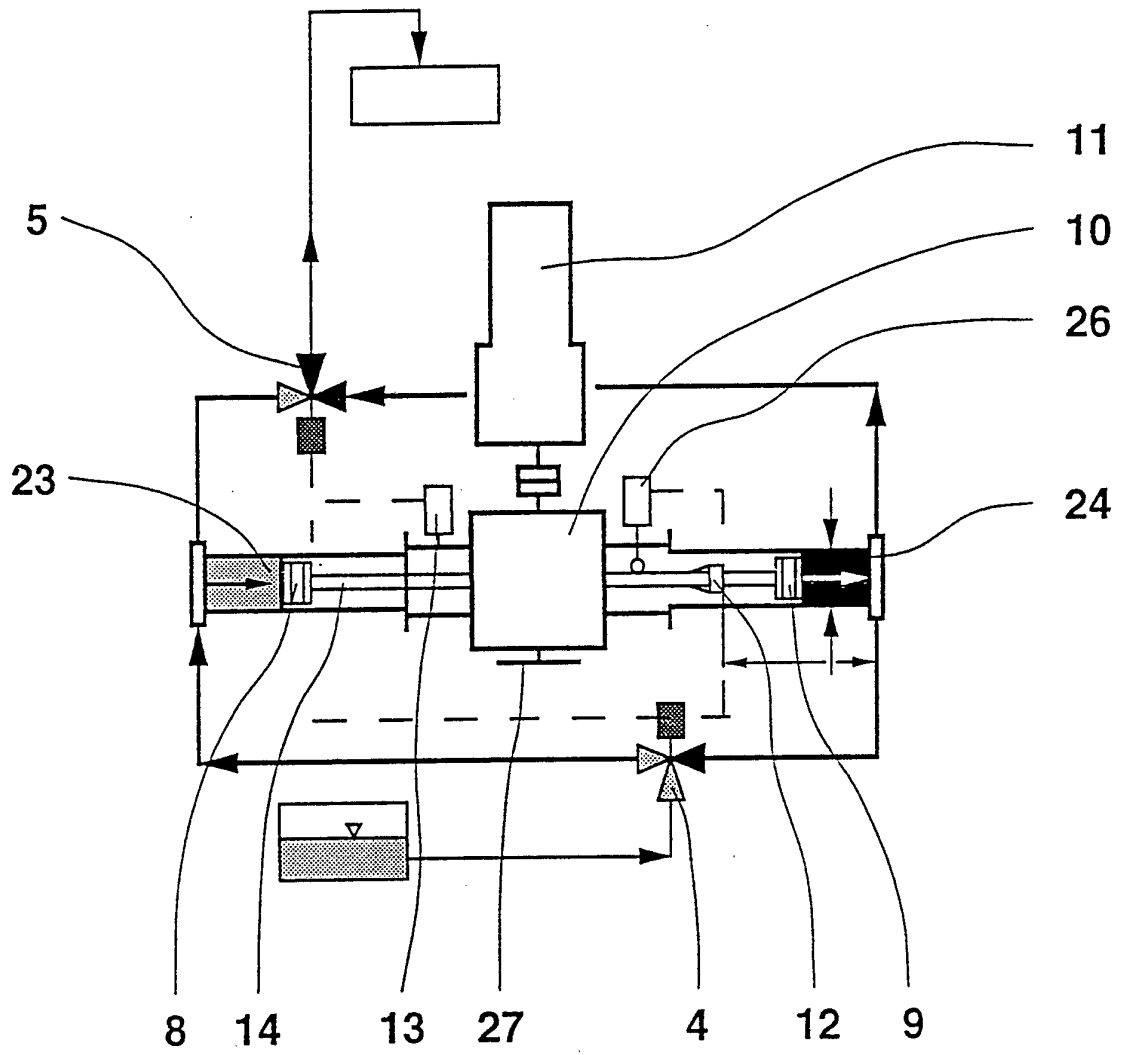


Fig. 1

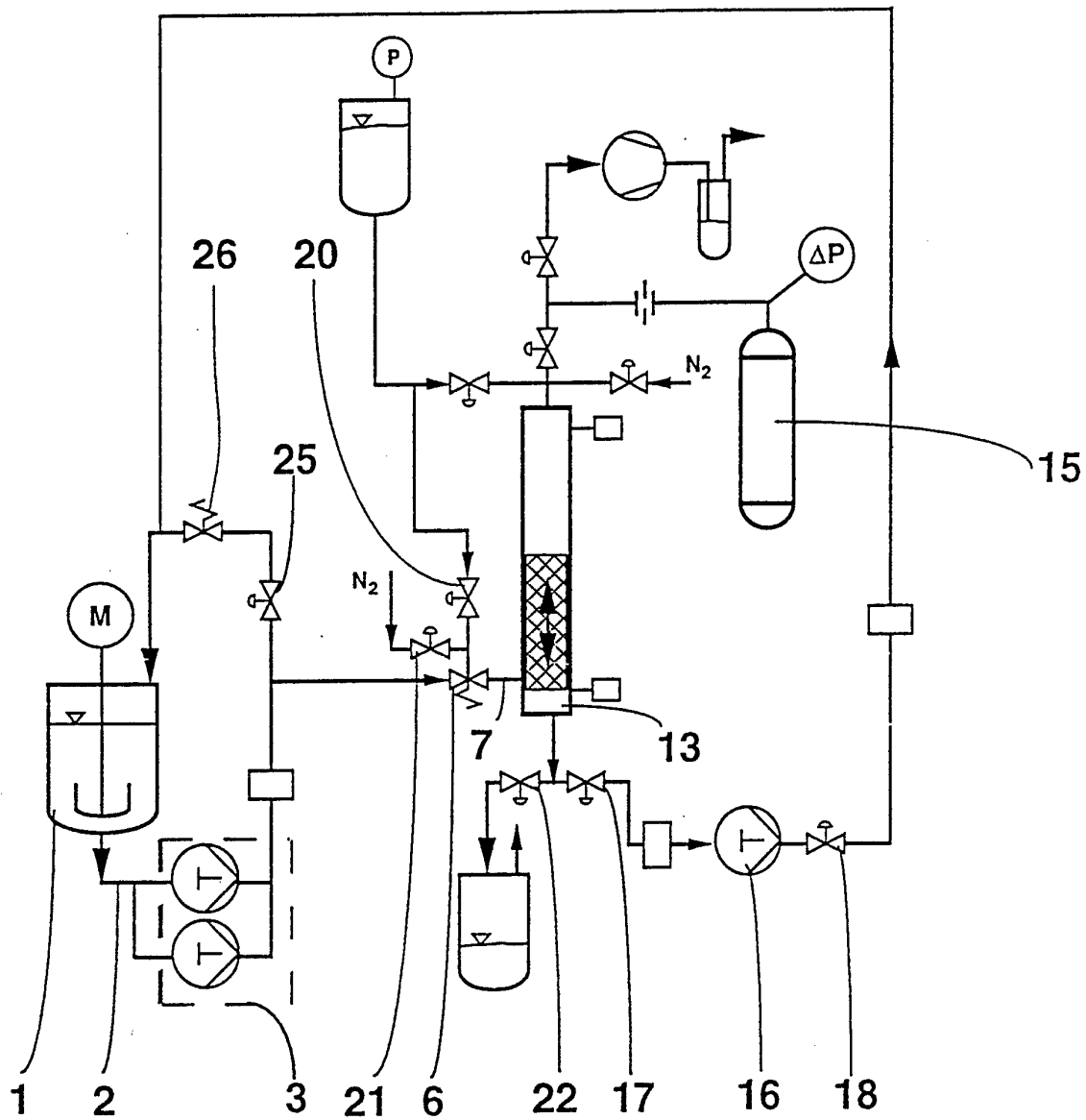


Fig. 2

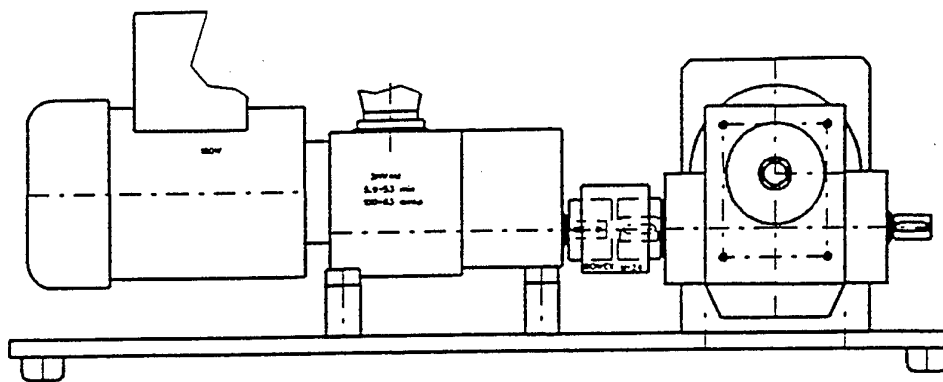


Fig. 4

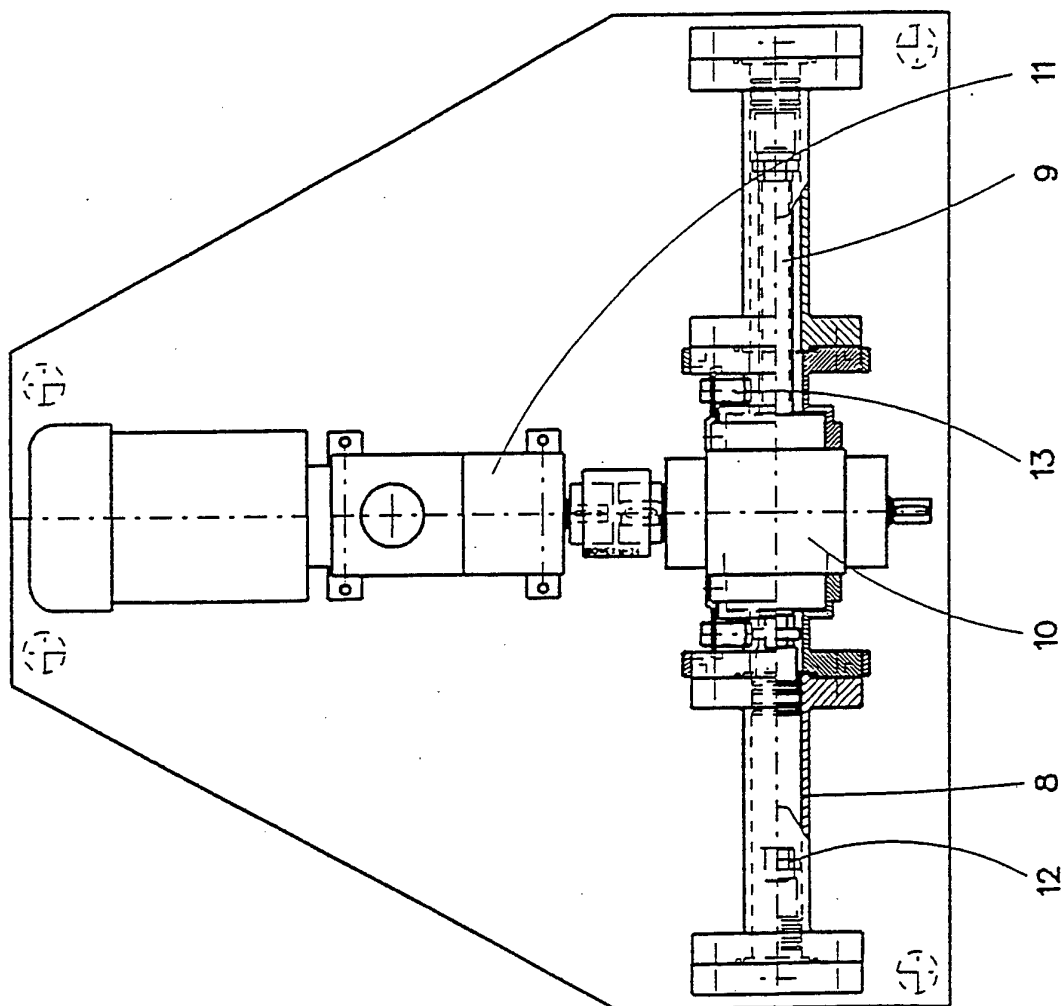


Fig. 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter. nal Application No
PCT/EP 94/02267

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 F04B15/02 F04B7/00 F04B9/10 F04B1/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 F04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB,A,2 142 095 (BOYLE) 9 January 1985 see abstract; figures ---	1,9
A	US,A,5 066 199 (REESE ET AL.) 19 November 1991 see abstract; figures ---	1,9
A	US,A,5 094 596 (ERWIN ET AL.) 10 March 1992 see abstract; figures -----	1,9

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 November 1994

Date of mailing of the international search report

15. 11. 94

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Narminio, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/EP 94/02267

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB-A-2142095	09-01-85	AU-A- 2850384 CA-A- 1233070 DE-A- 3419054 US-A- 4580954	29-11-84 23-02-88 24-01-85 08-04-86
US-A-5066199	19-11-91	US-A- 5195879	23-03-93
US-A-5094596	10-03-92	CA-A- 2042891	02-12-91

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 94/02267

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 6 F04B15/02 F04B7/00 F04B9/10 F04B1/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 F04B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	GB,A,2 142 095 (BOYLE) 9. Januar 1985 siehe Zusammenfassung; Abbildungen ---	1,9
A	US,A,5 066 199 (REESE ET AL.) 19. November 1991 siehe Zusammenfassung; Abbildungen ---	1,9
A	US,A,5 094 596 (ERWIN ET AL.) 10. März 1992 siehe Zusammenfassung; Abbildungen -----	1,9

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. November 1994

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

15. 11. 94

Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+ 31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Narminio, A

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 94/02267

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB-A-2142095	09-01-85	AU-A- 2850384	29-11-84
		CA-A- 1233070	23-02-88
		DE-A- 3419054	24-01-85
		US-A- 4580954	08-04-86

US-A-5066199	19-11-91	US-A- 5195879	23-03-93

US-A-5094596	10-03-92	CA-A- 2042891	02-12-91
