



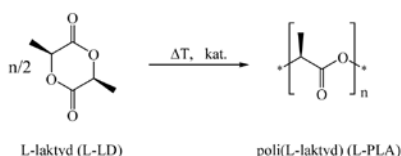
Projektowanie i budowa modelowej instalacji badawczej do syntezy polilaktydu

Jerzy WISIAŁSKI, Joanna SIRAK, Ludwik SYNORADZKI, Paweł RUŚKOWSKI – Laboratorium Procesów Technologicznych, Wydział Chemiczny Politechniki Warszawskiej, Warszawa

Prosimy cytować jako: CHEMIK 2013, **67**, 3, 220-222

Polilaktyd (PLA) jest biodegradowalnym poliestrem alifatycznym. W celu opracowania technologii otrzymywania biodegradowalnych poliestrów (w tym PLA) zostało utworzone konsorcjum trzech instytucji: Centrum Badań Molekularnych i Makromolekularnych w Łodzi, Instytut Biopolimerów i Włókien Chemicznych w Łodzi oraz Wydział Chemiczny Politechniki Warszawskiej. W ramach Wydziału Chemicznego PW w projekcie uczestniczy Katedra Chemii i Technologii Polimerów oraz Laboratorium Procesów Technologicznych (LPT) – odpowiedzialne za projekt i budowę modelowej instalacji badawczej do syntezy PLA. LPT specjalizuje się w kompleksowym opracowywaniu technologii, projektowaniu procesów i instalacji technologicznych, powiększaniu skali procesów i eksperymentalnej produkcji w Hali Półtechnik, co jest również wykorzystywane w dydaktyce.

Ciąg surowcowy poli-L-laktydu prowadzi od węglowodanów zawartych w surowcach naturalnych (np. mączka kukurydziana), z których w wyniku fermentacji otrzymuje się kwas mlekowy i dalej poprzez polikondensację i depolimeryzację L-laktyd. Przedmiotem badań w ramach projektu jest synteza poli-L-laktydu w wyniku reakcji ROP (*Ring Opening Polymerization*):



Typowym katalizatorem stosowanym w ROP jest oktanian cyny (II). Technologia jego wytwarzania została opracowana i wdrożona w LPT. Proces polimeryzacji laktydu klasyfikuje się jako tzw. polimeryzacja w masie (*Bulk Polymerization*). Zostały wykonane badania optymalizacyjne syntezy PLA w skali laboratoryjnej: szklane ampule, reaktory 100 i 1000 ml oraz reaktory 4x50 ml z sondą IR umożliwiającą śledzenie postępu reakcji *in situ*.

Jednym z zadań LPT było zaprojektowanie i wybudowanie modelowej instalacji badawczej do otrzymywania PLA. Sformułowano założenia technologiczne dla powiększania skali procesu. Zaprojektowano i wybudowano zespół reaktora polimeryzacji V=2 l, wyposażony w topielnik monomeru. Opracowano koncepcję zespołu reaktora V=10 l dla prowadzeniu procesu, zarówno periodycznego jak i ciągłego, oraz koncepcję procesu 2-stopniowego (*pre-polimer – polimer*) z zastosowaniem wylączarki reakcyjnej. Przykładowe warianty prowadzenia procesu:

- Proces periodyczny 1-stopniowy w reaktorze zbiornikowym V=10 l, załadunek laktydu bezpośrednio do reaktora lub z zastosowaniem topielnika i pompy, wytłaczanie pompą ekstruzyjną lub sprężonym azotem
- Proces periodyczny 2-stopniowy w reaktorze V=10 l (*pre-polimer*) i doreagowanie w wylączarce reakcyjnej
- Proces ciągły 1-stopniowy w wylączarce reakcyjnej (skonfigurowano układ modułów i elementów ślimaków)

- Proces ciągły 1-stopniowy w przepływowym reaktorze zbiornikowym V=10 l, zasilanym stopionym monomerem oraz katalizatorem dozowanym pompą poprzez mieszacz statyczny, wytłaczanie polimeru pompą ekstruzyjną
- Proces ciągły 2-stopniowy z zastosowaniem przepływowego reaktora zbiornikowego V=10 l, tak jak w procesie 1-stopniowym i przepompowywanie stopionego pre-polimeru do wylączarki reakcyjnej.

Wykonano kompleksowy projekt instalacji badawczej. Sformułowano szczegółowe założenia konstrukcyjne dla aparatury oraz komputerowego systemu kontroli procesów. W rezultacie wybudowano modelową instalację badawczą, której główne zespoły to:

- Zespół reaktora polimeryzacji V=10 l (Fourné Polymertechnik)
- Zespół dwuślimakowej wylączarki reakcyjnej D=2x25 mm L/D=48 (KM Berstorff)
- Zespół reaktora testowego V=2 l (Austenit Sztajerwald)
- Rynna wodna, taśma do chłodzenia polimeru powietrzem, krajarka
- Instalacje mediów energetycznych i pomocniczych
- System monitorowania i kontroli procesów (SCADA).

Elastyczna konfiguracja instalacji umożliwiła prowadzenie badań procesu syntezy zarówno PLA, jak i innych polimerów, w różnych wariantach technologicznych.



Dr inż. Jerzy WISIAŁSKI jest zastępcą kierownika Laboratorium Procesów Technologicznych na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej. Jest absolwentem tego Wydziału, gdzie uzyskał tytuł magistra inżyniera w specjalności inżynieria chemiczna (1970) oraz stopień doktora w dyscyplinie technologia chemiczna (2010).

Kariera zawodowa: Staż w Zakładach Rafineryjno-Petrochemicznych w Płocku (1971). W latach 1971-1989 projektant technolog w biurze projektów „Organika” w Warszawie, autor wielu projektów instalacji chemicznych. Od 1989 rzeczoznawca SITPCHEM NOT w zakresie projektowania zakładów chemicznych. W latach 1989-1993 współpraca z międzynarodowym konsorcjum w celu opracowania technologii i projektu instalacji do przemysłowego

otrzymywania aldehydu benzoowego pochodzenia naturalnego (co było przedmiotem późniejszej rozprawy doktorskiej). Nadzór nad budową i uruchomieniem tej instalacji we Włoszech (we współpracy z szcocką firmą inżynierską) oraz badania przemysłowe w ruchu technologicznym wytwórni. Od 1993 główny technolog, a od 2003 zastępca kierownika Laboratorium Procesów Technologicznych (LPT) na WCh Politechniki Warszawskiej. Udział w wielu projektach badawczych i rozwojowych. Autor projektów instalacji badawczych i póltechnicznych. Udziały w licznych patentach i know-how. Współtwórca nauczania projektowania technologicznego na Wydziale Chemicznym PW i publikacji w tej dziedzinie. Złoty Krzyż Zasługi (2002). Od 2010 udział w projekcie badawczym POIG „Technologia otrzymywania biodegradowalnych poliestrów z wykorzystaniem surowców odnawialnych” (BIOPOL). Główne obszary zainteresowań: projektowanie procesów i instalacji technologicznych, kompleksowe opracowywanie i wdrażanie nowych technologii, projekty rozwojowe i inwestycyjne, inżynieria chemiczna i procesowa.

e-mail: jerzy.wisialski@ch.pw.edu.pl

Mgr inż. Joanna SIRAK dyplom uzyskała na Wydziale Inżynierii Chemicznej i Procesowej Politechniki Warszawskiej, kierunek Inżynieria Chemiczna (2010). Obecnie pracuje na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej w Laboratorium Procesów Technologicznych na stanowisku technologa. Udział w projekcie badawczym POIG „Technologia otrzymywania biodegradowalnych poliestrów z wykorzystaniem surowców odnawialnych” (BIOPOL). Zainteresowania naukowe: projektowanie instalacji póltechnicznych.

e-mail: jsirak@ch.pw.edu.pl

Prof. nadzw. dr hab. inż. Ludwik SYNORADZKI w roku 1971 ukończył studia na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej. Od roku 1985 jest kierownikiem Laboratorium Procesów Technologicznych na tym samym Wydziale. Specjalność technologia chemiczna. Kierownik i wykonawca wielu projektów badawczych i rozwojowych. Współtwórca nauczania projektowania technologicznego na Wydziale Chemicznym PW. Autor i współautor licznych publikacji, patentów, know-how oraz wystąpień na konferencjach naukowych. Złoty Krzyż Zasługi (2001). Od 2010 udział w projekcie badawczym POIG „Technologia otrzymywania biodegradowalnych poliestrów z wykorzystaniem surowców odnawialnych” (BIOPOL).

Zainteresowania naukowe: projektowanie i wdrażanie procesów technologicznych, chemia i technologia pochodnych kwasu winowego.
e-mail: synsa@ch.pw.edu.pl

Dr inż. Paweł RUŚKOWSKI – adiunkt w Laboratorium Procesów Technologicznych Wydziału Chemicznego Politechniki Warszawskiej. W 1998 ukończył studia na Wydziale Chemicznym PW, a w 2009 obronił pracę doktorską na tym Wydziale. Współautor 3 wdrożeń technologii w skali przemysłowej, 3 artykułów oraz wielu wystąpień na konferencjach naukowych. Od 2010 udział w projekcie badawczym POIG „Technologia otrzymywania biodegradowalnych poliestrów z wykorzystaniem surowców odnawialnych” (BIOPOL). Zainteresowania naukowe: chiralne pochodne kwasów dikarboksylowych, biodegradowalne poliestry alifatyczne, optymalizacja parametrów procesu, powiększanie skali.

e-mail: pawel.ruskowski@ch.pw.edu.pl

Opracowanie zostało wykonane w ramach projektu nr POIG.01.01.02-10-025/09 pn.: „Technologia otrzymywania biodegradowalnych poliestrów z surowców odnawialnych” (akronim BIOPOL), finansowanego przez Unię Europejską z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego – Projekt Operacyjny Innowacyjna Gospodarka.

Politechnika Warszawska
Wydział Chemiczny
ul. Noakowskiego 3,
00-664 Warszawa
www.ch.pw.edu.pl



Biuro Projektu BIOPOL w PW
Tel: 022 621 01 38
Fax.: 022 625 53 17
lpt@ch.pw.edu.pl
NIP 525-000-58-34



Laboratorium Procesów Technologicznych
Wydział Chemiczny Politechniki Warszawskiej
ul. Noakowskiego 3
00-664 Warszawa
http://lpt.ch.pw.edu.pl



**INNOWACYJNA
GOSPODARKA**
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI FUNDUSZ
ROZWOJU REGIONALNEGO



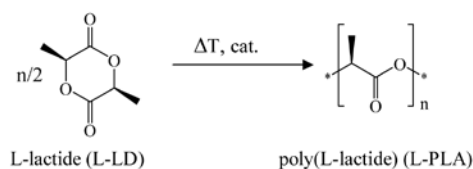
Design and construction of the model research installation for synthesis of polylactide

Jerzy WISIALSKI, Joanna SIRAK, Ludwik SYNORADZKI, Paweł RUŚKOWSKI – Laboratory of Technological Processes, Faculty of Chemistry, Warsaw University of Technology, Warsaw

Please cite as: CHEMIK 2013, **67**, 3, 220-222

Poly(lactide) (PLA) is a biodegradable aliphatic polyester. In order to develop the manufacturing technology of biodegradable polyesters (including PLA), a consortium of three institutions was established: Centre of Molecular and Macromolecular Studies in Łódź, Institute of Biopolymers and Chemical Fibres in Łódź and Faculty of Chemistry of Warsaw University of Technology. As the part of the Faculty of Chemistry of the Warsaw University of Technology (WUT), the Department of Chemistry and Polymer Technology, as well as the Laboratory of Technological Processes (LPT) participated in the project – they were responsible for the project and construction of the model research installation for synthesis of PLA. The LPT specialises in a complex technology development, process and technological installation designing, scaling up processes and experimental manufacturing in Half-Techniques Halls, all of which are also utilised in teaching.

Poly-L-lactide product flow derives from carbohydrates in raw materials (e.g. corn starch) from which, following fermentation, lactic acid is obtained and then L-lactide is derived by polycondensation and depolymerization. The research subject-matter under the project is the synthesis of Poly-L-lactide by ROP (*Ring Opening Polymerisation*) reaction:



Tin (II) octanoate is a typical catalyst used in ROP. Its manufacturing technology was developed and implemented in the LPT. The

polymerisation process of lactide is classified as the so-called *Bulk Polymerisation*. Optimisation studies of the PLA synthesis were carried out in a laboratory scale: glass ampoule, 100 and 1000 ml reactors, as well as 4x50 ml reactors with IR probe which enables tracking reaction progress *in situ*.

One of the tasks of the LPT was to design and construct the model research installation for the PLA manufacturing. Technological assumptions were formulated for process scaling up. V=2 l polymerisation reactor unit, equipped with monomer melter, was designed and constructed. The concept of V=10 l reactor unit to carry out the process, both periodic and continuous, and the concept of 2-stage process (*polymer – polymer*) with the use of reactive extruder, were developed. Exemplary variants of carrying out the process:

- Periodic 1-stage process in the V=10 l tank reactor, direct loading of lactide into the reactor or with the melter and a pump, extrusion with an extrusion pump or compressed nitrogen
- Periodic 2-stage process in the V=10 l (*pre-polymer*) reactor and finish reacting in a reactive extruder
- Continuous 1-stage process in the reactive extruder (system of modules and screw elements was configured)
- Continuous 1-stage process in the V=10 l flow tank reactor, powered by melted monomer and a catalyst dosed by the pump through static mixer, polymer excursion by the extrusion pump
- Continuous 2-stage process with the use of V=10 l flow tank reactor, as in the 1-stage process, and pumping over the melted pre-polymer into the reactive extruder.

A complex research installation project was designed. Detailed construction assumptions for the equipment and computer system of process control were formulated. As a result, the model research installation was constructed, its main units being:

- V=10 l Polymerisation reactor unit (Fourné Polymertechnik)
- D=2x25mm L/D=48 Twin screw reactive extruder unit (KM Berstroff)
- V=2 l Test reactor unit (Austenit Sztajerwald)
- Water trough, belt for cooling polymers with air, cutter
- Energy utilities and auxiliary installations
- Supervisory control and data acquisition (SCADA)

The flexible configuration of the installation enables carrying out tests of synthesis process, of both PLA and other polymers, in different technological variants.



Jerzy WISIAŁSKI – Ph.D., (Eng.), is a Deputy Head of the Laboratory of Technological Processes of the Faculty of Chemistry at the Warsaw University of Technology. He is a graduate of the Faculty, from which he obtained his Master of Science degree in Chemical Engineering (in 1970), and a Doctoral degree in the field of chemical engineering (in 2010).

Professional career: Internship at RefineryPetrochemical Plant in Plock (1971). Between 1971–1989, Design Engineer in “Organika” design office in Warsaw, the author of numerous chemical installation designs. Since 1989, an expert at SITPChemNOT Association in the field of chemical plant design. Between 1989–1993, cooperation with an international consortium to develop installation project and technology for industrial manufacturing of natural benzaldehyde (which later was his doctoral dissertation topic). The installation construction supervising and bringing it into use in Italy (in cooperation with a Scottish engineering company) and industrial test of the production plant technological process. Since 1993 a Chief Technologist, and since 2003 – Deputy Head of Laboratory of Technological Processes (LPT) of the Faculty of Chemistry at Warsaw Institute of Technology. Participating in many development and research projects. The author of many research and half-technical installation projects Participating in numerous patents and know-how. Cooperation in teaching technological design at the Faculty of Chemistry at WUT and publications in this field. Gold Cross of Merit (2002). Since 2010 participating in the POIG research project „Technology for obtaining biodegradable polyesters using renewable raw materials” (BIOPOL). Main areas of interest: processes and technological installation designing, complex development and implementation of new technologies, development and investment projects, chemical and process engineering.
e-mail: jerzy.wisialski@ch.pw.edu.pl

Joanna SIRAK – M.Sc., graduated from the Faculty of Chemical and Process Engineering at the Warsaw University of Technology in 2010, major: Chemical Engineering. She is currently working as a process engineer in the Laboratory of Technological Processes at the Faculty of Chemistry at the Warsaw University of Technology. She is involved in the realisation of the POIG (Innovative Economy Operational Programme) research project “Technology for obtaining biodegradable polyesters using renewable raw materials” (BIOPOL). Research interests: designing pilot plant installations
e-mail: jsirak@ch.pw.edu.pl

Ludwik SYNORADZKI – (Sc.D., Eng), Associate Professor, graduated from the Faculty of Chemistry at the Warsaw University of Technology in 1971. Since 1985 he has been working as a Head of the Laboratory of Technological Processes at the same Faculty. Specialisation: chemical technology. He is a co-creator and a contractor in many research and development projects. He is a co-creator of teaching technological designing at the Faculty of Chemistry of the Warsaw University of Technology. He is the author and co-author of numerous publications, patents, know-how and lectures at science conferences. He was honoured with Gold Cross of Merit in 2001. He has been involved in the realisation of the POIG (Innovative Economy Operational Programme) research project “Technology for obtaining biodegradable polyesters using renewable raw materials” (BIOPOL) since 2010.

Research interests: designing and implementing technological processes, chemistry and technology of tartaric acid derivatives.
e-mail: synsa@ch.pw.edu.pl

Paweł RUSKOWSKI – Ph.D., (Eng), is Assistant Professor in the Laboratory of Technological Processes of the Faculty of Chemistry at the Warsaw University of Technology. He graduated from the Faculty of Chemistry at the Warsaw University of Technology in 1998, and defended his doctoral thesis at the same Faculty in 2009. He is co-author of 3 technology implementations at an industrial scale, 3 articles and many lectures at science conferences. He has been involved in the realisation of the POIG (Innovative Economy Operational Programme) research project “Technology for obtaining biodegradable polyesters using renewable raw materials” (BIOPOL) since 2010. Research interests: chiral derivatives of dicarboxylic acids, biodegradable acyclic polyesters, optimisation of process parameters, expanding scale.
e-mail: pawel.ruskowski@ch.pw.edu.pl

The document was prepared under the project no POIG.01.01.02-10-025/09 entitled: “Technology for obtaining biodegradable polyesters using renewable raw materials” (BIOPOL), financed by the European Union from the European Regional Development Fund – Operational Programme ‘Innovative Economy.’

Politechnika Warszawska
Wydział Chemiczny
ul. Noakowskiego 3,
00-664 Warszawa
www.ch.pw.edu.pl



Biuro Projektu BIOPOL w PW
Tel: 022 621 01 38
Fax.: 022 625 53 17
lpt@ch.pw.edu.pl
NIP 525-000-58-34



Laboratorium Procesów Technologicznych
Wydział Chemiczny Politechnika Warszawska
ul. Noakowskiego 3
00-664 Warszawa
http://lpt.ch.pw.edu.pl/

