

(12) **Patentschrift**

(21) Anmeldenummer: A 51127/2016
(22) Anmeldetag: 12.12.2016
(45) Veröffentlicht am: 15.04.2020

(51) Int. Cl.: **C08K 5/09** (2006.01)
C08K 5/098 (2006.01)
C08K 9/04 (2006.01)
C08K 9/02 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
EP 0304831 A1
EP 0813904 A2
WO 0232845 A2
GB 1074093 A

(73) Patentinhaber:
CHEMSON Polymer-Additive AG
9601 Arnoldstein (AT)

(72) Erfinder:
Hecher Michael Dipl.Ing. Dr.
6842 Koblach (AT)
Mödritscher Hubert
9601 Arnoldstein (AT)
Schmid Günther
9500 Villach (AT)

(74) Vertreter:
WIRNSBERGER & LERCHBAUM
Patentanwälte OG
8700 Leoben (AT)

(54) **Verfahren zur Herstellung einer Stabilisatorzusammensetzung und damit hergestellte Stabilisatorzusammensetzung**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Stabilisatorzusammensetzung für ein Polymer, wobei zumindest eine Fettsäure mit zumindest einer Metallverbindung wie zumindest einem Metallhydroxid und/oder zumindest einem Metalloxid und/oder zumindest einem Metallsäurecarbonat unter Bildung eines Metallsäurecarboxylates der Fettsäure umgesetzt wird, wobei die Umsetzung der Fettsäure mit der Metallverbindung kontinuierlich in einem Extruder (1) unter Austritt von entstehendem Reaktionswasser aus dem Extruder (1) entlang eines Materialflusses durch Öffnungen an einer Außenseite des Extruders (1) durchgeführt wird.

Des Weiteren betrifft die Erfindung eine entsprechend hergestellte Stabilisatorzusammensetzung.

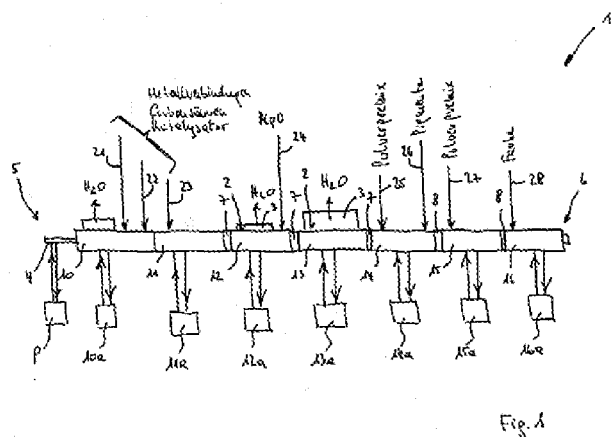


Fig. 1

Beschreibung

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER STABILISATORZUSAMMENSETZUNG UND DAMIT HERGESTELLTE STABILISATORZUSAMMENSETZUNG

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Stabilisatorzusammensetzung für ein Polymer, wobei eine Fettsäure mit zumindest einer Metallverbindung wie zumindest einem Metallhydroxid und/oder zumindest einem Metalloxid und/oder zumindest einem Metallcarbonat unter Bildung eines Metallcarboxylates der Fettsäure umgesetzt wird.

[0002] Des Weiteren betrifft die Erfindung eine Stabilisatorzusammensetzung für ein Polymer.

[0003] Polymere werden üblicherweise mit Stabilisatoren versetzt, um eine effiziente Verarbeitung zu ermöglichen. Da ein Polymer im Einsatz häufig einer Vielzahl von Einflüssen und Belastungen ausgesetzt ist, sind in der Regel mehrere Komponenten erforderlich, die bei der Herstellung der Stabilisatorzusammensetzung gemeinsam oder sequenziell zugeführt werden.

[0004] Bei der Verarbeitung von Polymeren haben sich Stabilisatorzusammensetzungen bewährt, die gebrauchsfertig eingesetzt werden können (sogenannte „one-packs“).

[0005] Gebrauchsfertige Stabilisatorzusammensetzungen umfassen oft Metallcarboxylate, also Reaktionsprodukte von Carbonsäuren, vorzugsweise Fettsäuren, mit Metallhydroxiden und/oder Metalloxiden und/oder Metallcarbonaten, z. B. basischen Metallcarbonaten, und weitere Zusatzstoffe wie Zeolithe, Hydrotalcite, Kreide, Pigmente, weitere Co-Stabilisatoren, Antioxidantien und dergleichen. Eine konkrete Abstimmung der Zusammensetzung wird dabei mit Fokus auf das oder die beabsichtigten Einsatzgebiete des Polymers ausgerichtet.

[0006] Für eine Stabilisatorzusammensetzung in gebrauchsfertiger Form bzw. einen one-pack ist es erforderlich, die einzelnen Komponenten zu mischen. Gemäß dem Stand der Technik wird hierfür in einem ersten Schritt zunächst eine Umsetzung von Fettsäuren mit Metallhydroxiden und/oder Metalloxiden und/oder Metallcarbonaten zur Bildung der gewünschten Metallseifen bzw. Metallcarboxylate durchgeführt. Beispielsweise finden neben den gebräuchlichen Carbonsäuren wie Laurinsäure oder Stearinsäure als Oxide beispielsweise Oxide der Übergangsmetalle wie Zinkoxid (ZnO) und/oder Alkali- und/oder Erdalkalioxide und/oder -hydroxide wie Calciumhydroxid [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] Anwendung. Es kann auch Carbonsäure oder die Metallverbindung im Überschuss zugegeben werden, sodass saure oder basische Metallcarboxylate entstehen. Nach dieser Reaktion in einem ersten Schritt werden in einem Batch-Verfahren die weiteren Komponenten je nach Bedarf beigemischt und eingearbeitet, um letztlich die Stabilisatorzusammensetzung zu erstellen.

[0007] Bei der Herstellung von gebrauchsfertigen Stabilisatorzusammensetzungen mit Metallcarboxylaten von Carbonsäuren ist eine Verfahrensführung im Batch-Verfahren deswegen erforderlich, weil die Umsetzung von Carbonsäuren mit den Metalloxiden und/oder Metallhydroxiden vollständig abgeschlossen sein soll. Ein unvollständiger oder variierender Reaktionsumsatz führt letztlich zu einer unerwünschten oder von der Charge abhängigen abweichenden Rheologie bei der Polymerverarbeitung, was nicht erwünscht ist. Da aber dieser erste Schritt der Umsetzung der Carbonsäure und die anschließende Beimengung weiterer Komponenten im Batch-Verfahren erfolgen muss, ergibt sich insgesamt ein zeitaufwendiger Prozess mit einem beschränkten Massendurchsatz.

[0008] Die EP 0 304 831 A1 sind ein Rohrreaktor und ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Fettsäureseifen bekannt geworden, wobei entstehendes Reaktionswasser am Ende des Reaktors mit dem Produkt austritt und sich so verflüchtigt.

[0009] Aus der EP 0 813 904 A2 sind ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Salzen von Säuregruppen tragenden pharmazeutischen Wirkstoffen bekannt geworden, welche allerdings nicht Fettsäuren und insbesondere Stabilisatorzusammensetzungen betreffen.

[0010] In der WO 02/32845 A2 sind ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Umsetzung einer

Carbonsäure mit einem Metallhydroxid offenbart, wobei ein Mischer eingesetzt wird, der Mittel umfassen kann, um entstehendes Reaktionswasser abzuführen.

[0011] Hier setzt die Erfindung an. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, mit dem ein höherer Durchsatz ohne Einbuße in Bezug auf eine Produktgüte erreichbar ist.

[0012] Ein weiteres Ziel ist es, eine verbesserte Stabilisatorzusammensetzung anzugeben.

[0013] Die verfahrensmäßige Aufgabe der Erfindung wird gelöst, wenn bei einem Verfahren der eingangs genannten Art die Umsetzung der Fettsäure, mit der Metallverbindung kontinuierlich in einem Extruder unter Austritt von entstehendem Reaktionswasser aus dem Extruder entlang eines Materialflusses durch Öffnungen an einer Außenseite des Extruders durchgeführt wird.

[0014] Ein mit einem erfindungsgemäßen Verfahren erzielter Vorteil liegt darin, dass bei Austritt von entstehendem Reaktionswasser aus dem Extruder das Verfahren in diesem und damit der Prozess im Gesamten kontinuierlich gefahren werden kann. Dabei ist es möglich, durch eine Länge des Extruders bzw. durch ein freies Volumen in diesem die erforderliche Reaktionszeit für eine insbesondere vollständige Reaktion so abzustimmen, dass kein oder nur mehr ein gezielt vorbestimmter, reproduzierbarer Restwassergehalt im Produkt vorliegt. Dies lässt sich ohne Weiteres einstellen, sobald erkannt ist, dass der Extruder erfindungsgemäß mit Öffnungen zu gestalten ist, also entstehendes Reaktionswasser die Möglichkeit hat, zu entweichen.

[0015] Eine kontinuierliche Verfahrensführung erfordert nicht nur weniger Kontrolle und damit Personalaufwand als ein Batch-Verfahren, sondern bringt insbesondere auch den Vorteil, dass eine pro Zeiteinheit herstellbare bzw. ausbringbare Masse an Stabilisatorzusammensetzung deutlich höher ist und beispielsweise im Vergleich mit einem Batch-Verfahren ein Vielfaches betragen kann. Es ergibt sich somit ein hochproduktives Verfahren, das zu einem exzellenten Produkt führt, da im Extruder eine innige Durchmischung zunächst der Edukte und später der daraus entstehenden Produkte erfolgt und im Anschluss noch weitere Stabilisatorkomponenten zugemischt werden können, sofern erforderlich.

[0016] Als Metallverbindung können beliebige Verbindungen eingesetzt werden, die mit der zumindest einen Fettsäure zu einem Carboxylat reagieren. Üblicherweise erfolgt die Umsetzung mit zumindest einem Metallhydroxid und/oder zumindest einem Metalloxid und/oder zumindest einem Metallcarbonat, wobei insbesondere auch basische Metallcarbonate geeignet sind.

[0017] Als Carbonsäuren sind aliphatische oder aromatische, mono- und/oder di- und/oder poly-Carbonsäuren, insbesondere Fettsäuren, die mit Kohlenstoffketten mit 2 bis zu 30 Kohlenstoffatomen aufgebaut sind, die linear oder verzweigt sein können und die optional teilweise auch mit Hydroxylgruppen und Aminogruppen substituiert sein können, zu verstehen. Im Rahmen der Erfindung kommen Fettsäuren zum Einsatz.

[0018] Die Kationen, die zu den Metallseifen bzw. Metallcarboxylaten reagieren, werden im Sinne der Erfindung als Metallhydroxid und/oder Metalloxid und/oder Metallcarbonaten und/oder basischen Metallcarbonat zugegeben, wobei auch mehrere unterschiedliche Metalloxide, -hydroxide, -carbonate und/oder basische Metallcarbonate zugegeben werden können.

[0019] Die Kationen können aus den Gruppen der Alkali- und/oder Erdalkalimetalle, Zink, Aluminium, Zinn und/oder aus der Gruppe der Seltenerdmetalle oder dergleichen sein. Die Metallverbindungen können als Mischung mehrerer unterschiedlicher Metallverbindungen oder bevorzugt sequenziell zugegeben werden.

[0020] Es ist möglich, dass das Reaktionswasser aktiv aus dem Extruder abgezogen wird. Hierfür kann beispielsweise vorgesehen sein, dass an einer oder mehreren Stellen des Extruders ein Unterdruck angelegt wird, durch welchen das Wasser aus dem Extruder abgezogen wird. Insbesondere kann ein Vakuum Anwendung finden, beispielsweise ein Wasserstrahlvakuum. Bevorzugt ist es jedoch, wenn das Reaktionswasser entweichen gelassen wird. Durch ein passives Entweichen des Reaktionswassers ohne zusätzliche Maßnahmen kann die Reakti-

onsmischung bei Atmosphärendruck bearbeitet bzw. gefahren werden. Dies bringt neben einer apparativ einfachen Verfahrensführung auch den Vorteil mit sich, dass eine Schaumbildung, welche bei der Umsetzung der Carbonsäuren mit Metallhydroxiden und/oder Metalloxiden auftreten kann, nicht aktiv gefördert wird.

[0021] Der Austritt des Reaktionswassers kann grundsätzlich an beliebigen Stellen des Extruders erfolgen bzw. aktiv gefördert, erfindungsgemäß erfolgt der Austritt des Reaktionswassers durch Öffnungen des Extruders. Die Öffnungen sind an einer Außenseite des Extruders entlang des Materialflusses angeordnet. Es handelt sich somit in einer bevorzugten Variante um einen sogenannten offenen Extruder, aus dem das Reaktionswasser auf einfache Weise und ohne zusätzliche Maßnahmen entweicht. Da die Reaktionsmischung aufschäumen kann, ist es bevorzugt, dass die Öffnungen kopfseitig vorgesehen sind. Beispielsweise können die Öffnungen dabei schlitzförmig ausgebildet sein, wobei die Schlitze noch von seitlich aufragenden Wänden umgeben sein können, die vom Extruder nach oben hin aufragen. In diesem Fall ist eine nicht allzu starke Schaumbildung im Extruder unproblematisch handhabbar, weil sich der Schaum noch innerhalb der Wände sammeln kann, ohne dass ein Überquellen aus dem Extruder erfolgt.

[0022] Die zumindest eine Fettsäure wird bevorzugt flüssig in den Extruder zugeführt. Die Fettsäure kann dabei mit einer Temperatur von mehr als 75 °C, bevorzugt mehr als 80 °C, insbesondere mehr als 80 °C bis zu 150 °C, in den Extruder zugeführt werden. Höhere Temperaturen ermöglichen, dass die Reaktion möglichst effizient im Sinne einer vollständigen Umsetzung entlang einer kurzen Strecke des Extruders erfolgen kann.

[0023] Um eine Umsetzung der Fettsäure mit dem Metallhydroxid und/oder dem Metalloxyd und/oder dem Metallcarbonat und/oder einer anderen Metallverbindung zu initiieren bzw. rascher ablaufen zu lassen, wird bevorzugt ein Katalysator zugeführt. Hierfür ist es zweckmäßig, dass der Katalysator mit der Fettsäure oder mit Metallhydroxid und/oder Metalloxyd und/oder Metallcarbonat in den Extruder zugeführt wird. Wird die Fettsäure mit einem Metallhydroxid und gegebenenfalls oder alternativ auch einem Metalloxyd zuerst zugeführt, können die beiden Komponenten bereits zumindest teilweise miteinander vermischt werden. Die danach stromabwärts folgende Zudosierung des Katalysators fördert dann einen raschen Reaktionsablauf. Dabei kann ein Gehalt an Katalysator relativ gering gehalten werden. Bevorzugt wird ein Gewichtsverhältnis von Fettsäure zu Katalysator im Bereich von mehr als 0 bis 50, vorzugsweise 20 bis 45 gewählt.

[0024] Als Katalysatoren sind im Rahmen der Erfindung Stoffe zu verstehen, die mit passivierten Oberflächen von Metallhydroxid und/oder Metalloxyd und/oder Metallcarbonaten und/oder basischen Metallcarbonat-Partikeln reagieren und damit einerseits die Partikeloberflächen reaktiver machen und andererseits selbst mit den Carboxylaten durch Transfer des Kations weiter reagieren. Wasser, anorganische und organische Säuren, Säureanhydride, kurzkettige Carbonsäuren, kurzkettige Carboxylate oder dergleichen sind als Katalysatoren einsetzbar. Im Verlauf der Reaktion können Katalysatoren auch teilweise oder vollständig aus dem Prozess durch Verdampfen aus der Schmelze oder Mischung ausscheiden.

[0025] Günstig ist es, wenn die Umsetzung der Fettsäure mit der Metallverbindung wie einem Metallhydroxid und/oder einem Metalloxyd und/oder einem Metallcarbonat in mehreren hintereinander geschalteten Modulen des Extruders durchgeführt wird. Sind mehrere Module vorhanden, bieten sich mehrere Vorteile: Zum einen können die einzelnen Module gegebenenfalls zumindest teilweise gesondert temperiert werden, was eine gewünschte Temperatureinstellung entlang der Module und damit eine gezielte Beeinflussung der Reaktion ermöglicht. Zum anderen können zwischen den einzelnen Modulen nochmals Elemente zur besseren Dispergierung der Reaktionsmischung vorgesehen sein, insbesondere Dispergierringe oder dergleichen, was eine weitere innige Durchmischung fördert. In diesem Zusammenhang kann auch vorgesehen sein, dass stromabwärts weitere Metallverbindungen beigemischt werden. Eine sequenzielle Beimischung von insbesondere Metallhydroxiden und/oder Metalloxiden oder weiteren Carbonsäuren kann erforderlich sein, um die Viskosität der Reaktionsmischung gezielt steuern zu können. Ist aber eine Reaktion bereits zumindest teilweise erfolgt, können wie erwähnt weitere

Metallverbindungen beigemischt werden. Darüber hinaus können in einzelnen Modulen auch unterschiedlich große Öffnungen bzw. Schlitze vorgesehen sein, was eine optimale Abstimmung des Entziehens bzw. Entweichens von Reaktionswasser in Bezug auf die jeweilige Position der Reaktionsmischung und damit einen bis dahin erfolgten Reaktionsumsatz ermöglicht. Insgesamt lassen sich somit optimale Bedingungen für die gewünschte Umsetzung der zumindest einen Fettsäure mit der zumindest einen Metallverbindung finden.

[0026] Wie erwähnt kann vorgesehen sein, dass die Module zumindest teilweise gesondert temperiert werden. Dabei kann eine Temperatur der Module insbesondere so eingestellt werden, dass die Fettsäure in flüssigem Zustand gehalten wird. Eine Temperatur der Module auf zumindest 50 °C, bevorzugt zumindest 120 °C, vorzugsweise zumindest 140 °C, insbesondere 155 °C bis 250 °C, eingestellt werden. Dadurch kann auch bei längererkettigen Fettsäuren gegebenenfalls eingestellt werden, dass diese während der Umsetzung in flüssigem Zustand bleiben. Gleichzeitig ist dadurch die Möglichkeit gegeben, die Reaktionsgeschwindigkeit und damit die Verweilzeit im Extruder über die Temperatur zu beeinflussen.

[0027] Es kann im Rahmen der Erfindung vorgesehen sein, dass die Umsetzung der Fettsäure mit der zumindest einen Metallverbindung in mehreren hintereinandergeschalteten Modulen des Extruders durchgeführt wird und/oder in mehreren weiteren Modulen weitere Materialien in die Stabilisatorzusammensetzung eingearbeitet werden.

[0028] Weitere Materialien können (Co-)Stabilisatoren, Gleitmittel, Füllstoffe, Antioxidantien, Lichtschutzmittel, Pigmente, Fließhilfen, Schlagzähmodifikatoren und andere Acrylat-Derivate und /oder Polymere sein, wie sie aus dem Stand der Technik oder aus der Fachliteratur bekannt sind.

Unter (Co-)Stabilisatoren sind zum Beispiel organische Stabilisatoren wie Harnstoff und dessen Derivate, Aminocrotonate und deren Derivate, Uracile und deren Derivate, Thioester, Glycidylverbindungen, Amine, Amide, Aminosäuren und deren Derivate, Epoxyverbindungen, Beta-Diketone, Di- und Polyhydropyridine, Polyole, Isocyanurate, Polyalkylpiperidine, Schichtgitterverbindungen (LDHs), (Erd-)Alkalialumosilikate, Alkalialumocarbonate und dergleichen zu verstehen. Unter Gleitmitteln sind zum Beispiel Kohlenwasserstoff-Wachse (PE-Wachse, PP-Wachse, Paraffine, FT-Paraffine und dergleichen), Esterwachse und Komplexeester, Ketone und/oder Alkohole und/oder Amine der Fettsäuren, Chlorparaffine, Silikone, Polysiloxane, Kamm-Co-Polymere, Polyester, Polyamine und dergleichen zu verstehen. Unter Füllstoffen sind zum Beispiel Carbonate, Calcite, Dolomite, Talkum, Kaoline, Alumosalzverbindungen und dergleichen zu verstehen.

[0029] Ist die Reaktion der Fettsäure mit dem Metallhydroxid und/oder dem Metalloxid abgeschlossen und kein oder nur mehr ein vorbestimmter Reaktionswassergehalt vorhanden, können weitere Komponenten für die Zusammensetzung des Stabilisators eingearbeitet werden. Hierfür sind bevorzugt mehrere weitere Module vorgesehen. Diese weiteren Module können ebenfalls zumindest teilweise gesondert voneinander temperiert werden. Dadurch ist es möglich, bei geregelten Temperaturen bestimmte weitere flüssige oder bevorzugt feste Komponenten einzuarbeiten. Somit können mit dem Verfahren auch temperaturempfindliche Komponenten im weiteren Verlauf des Prozesses in einem stromabwärts betrachtet weiter hinten positionierten Modul eingearbeitet werden.

[0030] Möglich wäre es, dass einzelne Komponenten in (meist) unerwünschten Querreaktionen miteinander reagieren. Hier bietet das Verfahren dann durch die Möglichkeit der bereichsweisen Einstellung der Temperatur Vorteile, da entsprechende Reaktionen durch niedrige Temperaturen unterbunden werden können.

[0031] Für eine effiziente Verfahrensführung ist es von Vorteil, wenn ein oder mehrere Fördermittel in den mehreren Modulen und/oder den weiteren Modulen über einen einzelnen Motor angetrieben werden. Grundsätzlich können im Rahmen der Erfindung beliebige Extruder eingesetzt werden, solange Aussparungen oder dergleichen vorgesehen sind, über welche Reaktionswasser in einem ersten Extruderabschnitt entweichen kann. Bei dem Fördermittel kann es sich beispielsweise um eine Schnecke handeln, wenn ein Schneckenextruder vorgesehen ist.

Die einzelnen Module werden dann um die einzelne Schnecke, die von einem einzigen Motor angetrieben wird, herum angeordnet. Besonders bevorzugt ist es jedoch, dass ein Planetwalzenextruder eingesetzt wird. Ein Planetwalzenextruder bietet den Vorteil, dass das zu verarbeitende bzw. abreagierende Material nicht nur besonders innig vermischt, sondern auch in sehr dünne Schichten aufgeteilt und in dieser Form durchmischt wird. Dies bringt für eine hohe Güte der erzeugten Stabilisatorzusammensetzung Vorteile, weil das zunächst erzeugte Metallcarboxylat und die danach eingearbeiteten Hilfsstoffe bzw. zusätzlichen Komponenten besonders fein miteinander vermischt werden, was zu einer homogenen, feinen Verteilung der eingearbeiteten Komponenten führt. Dies ist in Batch-Verfahren in dieser Güte nicht möglich.

[0032] Für die gewünscht hohe Homogenität des Stabilisators, der beispielsweise als Strang abgenommen wird, können sich große lokale Temperaturdifferenzen im Extruder als nachteilig erweisen. Wird ein Planetenextruder eingesetzt, kann vorgesehen sein, dass eine Spindel des Planetwalzenextruders im Inneren teilweise oder durchgehend temperiert wird. Insbesondere wenn auch die Module temperiert werden, kann dadurch ein großer Temperaturgradient von einer Außenseite der Module zur Extruderachse hin vermieden werden.

[0033] Neben der Abnahme der hergestellten Stabilisatorzusammensetzung als Strang am Ende des Extruders ist es auch möglich, eine Granulation des aus dem Extruder ausfahrenden Materials bzw. der Stabilisatorzusammensetzung vorzunehmen. Eine entsprechende Granulation kann mit an sich bekannten Methoden des Standes der Technik erfolgen, wie beispielsweise in der DE 1 937 862 A beschrieben.

[0034] Entsprechend den vorstehend dargestellten Vorteilen unterscheidet sich eine mit einem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Stabilisatorzusammensetzung durch eine höhere Homogenität und Gleichmäßigkeit von im Batch-Verfahren hergestellten Stabilisatorzusammensetzungen. Dementsprechend wird das weitere Ziel durch eine erfindungsgemäß hergestellte Stabilisatorzusammensetzung erreicht.

[0035] Weitere Merkmale, Vorteile und Wirkungen ergeben sich aus dem nachfolgend dargestellten Ausführungsbeispiel. In der Zeichnung, auf welche dabei Bezug genommen wird, zeigt

[0036] Fig. 1 einen Planetwalzenextruder.

[0037] In Fig. 1 ist ein Extruder 1 dargestellt, der als Planetwalzenextruder ausgebildet ist. Der Planetenwalzenextruder umfasst mehrere Module 11, 12, 13, 14, 15, 16. Die Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 sind nacheinander angeordnet und erlauben einen durchgängigen Materialfluss im Extruder 1. Jedes der Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 ist mit einem Heiz-/Kühlkreislauf 11a, 12a, 13a, 14a, 15a, 16a verbunden. Bei den entsprechenden Kreisläufen handelt es sich um solche, die mit Öl oder Wasser oder einem sonstigen Medium betrieben werden. Ein Ölbetrieb erlaubt eine maximale Temperatur von bis zu 300 °C und ist für die Module 11, 12, 13, 14, 15 vorgesehen. Ein Wasserbetrieb erlaubt eine maximale Temperatur von 220 °C. Für das Modul 16 wird der Kreislauf mit Wasser betrieben. Wenngleich nicht dargestellt, kann auch vorgesehen sein, dass einzelne der Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 jeweils durch einen Kreislauf gemeinsam betrieben werden. Dies bietet sich beispielsweise für die Module 13, 14 an, in welchen etwa mit derselben Temperatur gefahren werden kann.

[0038] Es kann wie in Fig. 1 dargestellt zusätzlich ein Füllteil 10 vorgesehen sein, in den zumindest eine Fettsäure sowie zumindest ein Metallhydroxid und/oder zumindest ein Metalloxid und/oder zumindest ein Metallcarbonat und/oder zumindest ein basisches Metallcarbonat zugeführt und gemischt werden. Grundsätzlich könnten diese Komponenten aber auch sogleich in das erste Modul 11 eindosiert werden. Für den Füllteil 10 ist ein eigener Heiz-/Kühlkreislauf 10a vorgesehen.

[0039] Der Extruder 1 wird von einer zentralen Spindel 4 durchsetzt, die von einem Motor 3 angetrieben wird. Die Spindel 4 läuft durch den Füllteil 10 und alle Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 des Extruders 1. Da es sich um einen Planetwalzenextruder handelt, ist die Spindel 4 von Planetenspindeln umgeben, die mit einer Innenseite jedes der Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 verzahnen. In Betrieb kann durch eine entsprechende Schrägverzahnung sichergestellt werden,

dass das Material nach Einfüllen in den Extruder 1 stromabwärts vorwärtsgetrieben wird, so dass das Material letztlich an einem vorderen Ende 5 des Extruders 1 gegenüberliegenden hinteren Ende 6 des Extruders 1 austreten kann.

[0040] An den Modulen 11, 12, 13 können stromabwärts Dispergierscheiben 7 oder andere Mittel zur Verteilung von Masse in eine nachfolgende Einheit vorgesehen sein. Bei den weiteren Modulen 14, 15 kann ein Entgasungsring 8 stromabwärts nachgeschaltet sein. Die Spindel 4 kann innenliegend ebenfalls temperiert werden, wofür ein eigener Kreislauf 9 vorgesehen ist, der beispielsweise mit Öl bis zu einer Temperatur von 300 °C betreibbar ist. Dadurch können starke Temperaturgradienten zwischen einer Außenseite des Extruders 1 bzw. noch präziser ausgedrückt der Innenseite der Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 und der Spindel 4 vermieden werden. Mit anderen Worten: Temperaturinhomogenitäten im Extruder 1 können weitgehend vermieden werden.

[0041] Für die Zuführung von Material zur Herstellung einer Stabilisatorzusammensetzung sind geeignete Zuführungen 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28 vorgesehen. Des Weiteren sind am Extruder 1 seitlich, insbesondere wie dargestellt kopfseitig bzw. an einem vertikal oberen Bereich Öffnungen 2 vorgesehen. Die Öffnungen 2 können schlitzförmig ausgebildet sein und sind seitlich von aufragenden Wänden 3 umgeben. Durch diese Schlitze bzw. Öffnungen 2 kann bei einer Reaktion der zuvor aufgegebenen Carbonsäuren mit den Metallverbindungen entstehendes Reaktionswasser entweichen. Möglich ist es auch, dass dieses Entweichen von Reaktionswasser aktiv gefördert wird, beispielsweise durch Abzug mittels einer Pumpe. Grundsätzlich kann allerdings eine entsprechende Verfahrensführung bei geeigneter Auslegung der Module 11, 12, 13 unterbleiben. Auch zur Vermeidung einer Schaumbildung ist es zweckmäßig, wenn das Reaktionswasser von selbst bzw. ohne unterstützende Maßnahme entweicht.

[0042] Eine Umsetzung der zumindest einen Fettsäure mit dem zumindest einen Metallhydroxyd und/oder dem zumindest einem Metalloxid erfolgt in den Modulen 11, 12, 13, welche quasi eine Kesselkaskade darstellen. Am Ende des Moduls 13 ist das entstandene Reaktionswasser entweder vollständig entwichen oder zumindest auf einen gewünschten Gehalt reduziert. Am Ende des Moduls 13 kann eine Temperatur der dann noch flüssigen Masse etwa 200 °C bis 250 °C betragen. Dieses Modul 13 kann ausschließlich für die Entweichung von Reaktionswasser vorgesehen sein. Die Wände 3 können in diesem Fall höher gestaltet sein als jene am Modul 12. Anschließend tritt diese Masse durch einen letzten der Dispergierringe 7 in das Modul 14 über. In diesem Modul 14 ist das verarbeitete Material nach wie vor flüssig bzw. liegt als Schmelze vor. Es können nun über die Zuführung 26 flüssige Komponenten, vorgemischte Pulver und/oder Pigmente eingebracht werden. Eine Temperatur kann hierbei etwa 40 °C bis 200 °C betragen. Im nachfolgenden Modul 15 können wiederum über eine Zuführung 27 weitere Komponenten, beispielsweise Zeolithe, Kreide oder Co-Stabilisatoren beigemischt werden. Da die Temperatur in diesem Bereich bereits deutlich niedriger ist, weist die verarbeitete Masse bzw. das im Extruder 1 vorwärtsgetriebene Material an dieser Stelle bereits eine pastöse, deutlich höher viskose Konsistenz auf. Im Modul 16, das mit Wasser beheizt wird, erfolgt schließlich bei relativ moderaten Temperaturen von 30 °C bis 130 °C eine Beimengung von thermisch empfindlichen Stoffen über eine weitere Zuleitung 28, beispielsweise ausgesuchte Rohstoffen und/oder Farben. Die Zuleitung 28 ist wie die übrigen Zuleitungen 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27 mit geeigneten Dosiermitteln, z. B. eine Waage oder eine Dosierpumpe, ausgestattet.

[0043] Es kann vorgesehen sein, dass mehrere der Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 auch zu einem einzelnen Modul kombiniert werden können. Beispielsweise können die Module 11, 12, 13 zu einem oder zwei Modulen kombiniert werden. Analoges gilt für die Module 14, 15, 16. Die Anzahl der Module 11, 12, 13, 14, 15, 16 beträgt mindestens zwei, insbesondere drei oder mehr, ist nach oben hin aber nicht limitiert.

[0044] Schließlich tritt die so hergestellte Stabilisatorzusammensetzung am stromabwärts angeordneten Ende des Extruders 1 aus diesem aus. Das strangförmige Material der Stabilisatorzusammensetzung kann dabei als solche bzw. als Strang abgenommen werden. Möglich ist es auch, dass eine Granulation des so erstellten Materials nachgeschaltet ist. Danach richtet sich auch die Temperatur im Modul 16. Für eine Abnahme als Strang sind in der Regel niedrige

re Temperaturen im Bereich von 30 °C bis 80 °C ausreichend. Soll granuliert bzw. Tabletten hergestellt werden, liegt die Temperatur höher im Bereich von etwa 110 °C bis 140 °C.

[0045] Optional können auch noch Sicherheitseinrichtungen wie Siebe oder Magnetabscheider an das Ende des Extruders 1 angebracht werden um etwaige Kontaminationen der fertigen Stabilisatorzusammensetzung abzufangen. Diese Einrichtungen können aber auch an einzelnen der oder allen Zuführungen 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28 installiert werden.

[0046] In den nachstehenden Tabellen 1 und 2 sind typische Parameter zur Herstellung einer Stabilisatorzusammensetzung mit einem Extruder 1 der vorstehend beschriebenen Art dargestellt.

Tabelle 1 - Zusammensetzung für Stabilisatorzusammensetzung

Komponente	Zusammensetzung [%]
Stearinsäure flüssig (100 °C)	27,8
Calciumhydroxid $\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,9
Zinkoxid ZnO	1,3
Katalysator (H_2O)	1,7
Paraffinwachs (Tropfpunkt 55 °C bis 77 °C)	5,5
Dilaurylthiodipropionat	4,6
Antioxidans (Irganox 1076)	4,9
Alcamizer P93 (Kisuma)	50,3
Summe	100

Tabelle 2 - Temperatureinstellung

Anlagenteil	Temperatur [°C]
Spindel 4	160
Füllteil 10	passiv*
Modul 11	180
Modul 12	160
Modul 13	160
Modul 14	120
Modul 15	60
Modul 16	passiv*

* passiv bedeutet, dass der entsprechende Heiz-/Kühlkreislauf nicht aktiviert ist

[0047] Eine entsprechend Tabelle 1 und 2 hergestellte Stabilisatorzusammensetzung lässt sich nicht nur in großen Mengen in kurzer Zeit als abzulängendes Stangenmaterial oder Granulat produzieren, sondern weist aufgrund der abgestimmten Verfahrensbedingungen und der Extrusion über einen Planetwalzenextruder auch eine hohe Homogenität und Güte bei vorbestimmtem und reproduzierbarem Wassergehalt auf.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Stabilisatorzusammensetzung für ein Polymer, wobei zumindest eine Fettsäure mit zumindest einer Metallverbindung wie zumindest einem Metallhydroxid und/oder zumindest einem Metalloxid und/oder zumindest einem Metallcarbonat unter Bildung eines Metallcarboxylates der Fettsäure umgesetzt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umsetzung der Fettsäure mit der Metallverbindung kontinuierlich in einem Extruder (1) unter Austritt von entstehendem Reaktionswasser aus dem Extruder (1) entlang eines Materialflusses durch Öffnungen an einer Außenseite des Extruders (1) durchgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Reaktionswasser entweichen gelassen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Austritt des Reaktionswassers durch Öffnungen (2), insbesondere kopfseitige Öffnungen (2), des Extruders (1) erfolgt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Fettsäure flüssig in den Extruder (1) zugeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Fettsäure mit einer Temperatur von mehr als 75 °C, bevorzugt mehr als 80 °C, insbesondere mehr als 80°C bis zu 150 °C, in den Extruder (1) zugeführt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Umsetzung der Fettsäure mit der Metallverbindung ein Katalysator zugeführt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Gewichtverhältnis von Fettsäure zu Katalysator im Bereich von mehr als 0 bis 50, vorzugsweise 20 bis 45, gewählt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umsetzung der Fettsäure mit der Metallverbindung in mehreren hintereinandergeschalteten Modulen (11, 12, 13) des Extruders (1) durchgeführt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Module (11, 12, 13) zumindest teilweise gesondert temperiert werden.
10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Temperatur der Module (11, 12, 13) so eingestellt wird, dass die Fettsäure in flüssigem Zustand gehalten wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine Temperatur der Module (11, 12, 13) auf zumindest 50 °C, bevorzugt zumindest 120 °C, vorzugsweise zumindest 140 °C, insbesondere 155 °C bis 250 °C, eingestellt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umsetzung der Fettsäure mit der Metallverbindung in mehreren hintereinandergeschalteten Modulen (11, 12, 13) des Extruders (1) durchgeführt wird und/oder in einem oder mehreren weiteren Modulen (14, 15, 16) weitere Materialien, insbesondere Feststoffe, in die Stabilisatorzusammensetzung eingearbeitet werden.
13. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass die weiteren Module (14, 15, 16) zumindest teilweise gesondert voneinander temperiert werden.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein oder mehrere Fördermittel in den mehreren Modulen (11, 12, 13) und/oder den weiteren Modulen (14, 15, 16) über einen einzelnen Motor (3) angetrieben werden.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Planetenwalzextruder eingesetzt wird.

16. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine zentrale Spindel (4) des Planetwalzenextruders im Inneren temperiert wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Stabilisatorzusammensetzung als Strang aus dem Extruder abgenommen wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Stabilisatorzusammensetzung granuliert wird.
19. Stabilisatorzusammensetzung, erhältlich nach einem der Ansprüche 1 bis 18.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

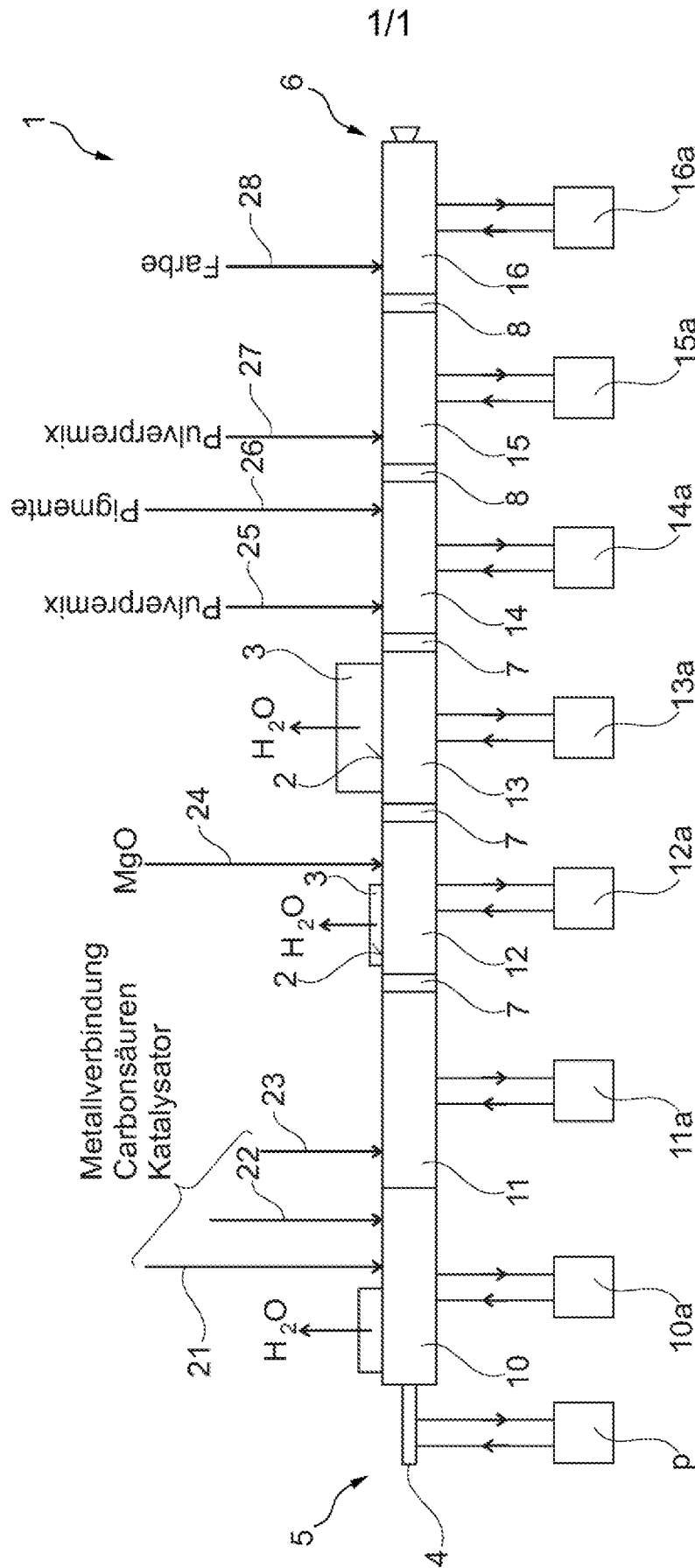


Fig. 1