



PATENTSCHRIFT 149 939

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

11)	149 939	(44)	05.08.81	Int. Cl. ³ 3 (51) C 08 G 63/74
21)	WP C 08 G / 220 043	(22)	31.03.80	

71) siehe (72)

72) Müller, Eberhard; Unger, Reinhard, Dipl.-Ing.; Winter, Eberhard, Dipl.-Ing., DD

73) siehe (72)

74) VEB Chemiefaserwerk „Herbert Warnke“, Abt. Schutzrechte und Neuererwesen, 7560 Wilhelm-Pieck-Stadt Guben, Straße der Chemiearbeiter

54) Verfahren zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymerschmelzen

57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymerschmelzen, das bei der Herstellung hochviskoser, spinnfähiger Polykondensate angewendet wird. Das Ziel der Erfindung besteht in der Verhinderung der Abwasserbelastung und Umweltverschmutzung. Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymerschmelzen, das durch eine Veränderung der Verfahrensbedingungen bei der Gemischkondensation einen optimalen Abtrenneffekt ermöglicht. Die erfindungsgemäße Lösung sieht ein Verfahren vor, welches dadurch charakterisiert ist, daß dem zu kondensierenden, auf maximal 150 °C überheizten Gemisch gleichzeitig ein teilentwässertes, erwärmtes Kondensat im Kreislauf und eine zusätzlich in das System eingebrachte Wassermenge entgegengeführt werden und anschließend der weiterströmende dampfförmige Wasseranteil kondensiert wird.

Titel der Erfindung

Verfahren zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymer-
schmelzen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymerschmelzen, insbesondere Polyäthylenterephthalatschmelze, das bei der Herstellung hochviskoser, zur Erspinnung von synthetischen, linearen Endlosfäden geeigneter Polykondensate angewendet wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, die bei der Herstellung von Polymerschmelzen, wie beispielsweise der Polyäthylenterephthalatschmelze oder der Polyamidschmelze, aus dem Polykondensationsgefäß entweichenden flüchtigen Bestandteile, wie beispielsweise Monomere, Oligomere, Laktam und dampfförmiges Äthylenglykol, abzusaugen und anschließend zu kondensieren.

In der DD-PS 131754 wird ein Verfahren zum Betreiben eines Dampfstrahlsaugers vorgeschlagen, der als Vakuumaggregat zur Entfernung flüchtiger, niedermolekularer Bestandteile aus Polymerschmelzen dient. Durch das zwischen der Treibdüse des Dampfstrahlsaugers einerseits und der Mischdüse

und dem Diffusor des Dampfstrahlsaugers andererseits aufgebauete ständige Temperaturprofil in Verbindung mit dem kurzzeitigen, intervallartigen Aufheizen des Kopfteles und der Treibdüse des Dampfstrahlsaugers auf eine Temperatur von 350 °C wird erreicht, daß eine teilweise Verkrackung aus dem Polykondensationsgefäß abgesaugter flüchtiger, sublimierbarer niedermolekularer Bestandteile auf der Treibdüse ausbleibt und ständig ein gleichbleibend gutes Strömungsprofil des aus der Treibdüse austretenden Treibdampfes gewährleistet ist.

Nach der beschriebenen Lehre sind dem Dampfstrahlsauger übliche Einrichtungen, wie beispielsweise Misch- oder Oberflächenkondensatoren mit zwischen ihnen angeordneten unbeheizten Dampfstrahlsaugerstufen nachgeschaltet, in denen die gemeinsame Kondensation des Gemisches aus Treibdampf und flüchtigen Bestandteile vorgenommen wird. Das Kondensat wird anschließend dem Abwasser zugeleitet.

Im Hinblick auf die Verwendungsfähigkeit des vorgeschlagenen Verfahrens sind folgende Nachteile feststellbar:

Durch die Einleitung des Kondensates in das Abwasser tritt eine hohe Abwasserbelastung ein, die eine sehr kostenaufwendige Abwasserbehandlung erforderlich macht. Bei Verzicht auf eine Abwasserreinigung überschreitet die sich einstellende Umweltverschmutzung die zulässigen bekannten Grenzen.

Infolge des kontinuierlich durchgeführten Polykondensationsprozesses, beispielsweise zur Herstellung von Polyäthylenterephthalatschmelze, fallen im Laufe der Zeit erhebliche Mengen an dampfförmigen Äthylenglykol an, die gemeinsam mit den übrigen flüchtigen Bestandteilen und dem Treibdampf als Kondensat dem Abwasser zugeleitet und damit einer möglichen Wiederverwendung entzogen werden.

Beim Kondensieren des Gemisches aus Treibdampf und flüchtigen Bestandteilen treten in den zwischen den Kondensatoren angeordneten unbeheizten Dampfstrahlsaugerstufen und in den

Kondensatoren selbst, hervorgerufen durch sich niederschlagende oligomere und monomere Bestandteile, Verstopfungen auf, die zu häufigen Stillständen führen.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Verhinderung der Abwasserbelastung und Umweltverschmutzung sowie in der Verminderung der Äthylenglykolverluste und der Beseitigung der Verstopfungen in den unbeheizten Dampfstrahlsaugerstufen und den Kondensatoren.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymerschmelzen zu schaffen, das durch eine Veränderung der Verfahrensbedingungen bei der Gemischkondensation einen optimalen Abtrenneffekt ermöglicht.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren gelöst, bei dem die unter Vakuum und Temperaturen von über 200 °C aus dem Polykondensatgefäß entweichenden flüchtigen Bestandteile mit Treibdampf vermischt und abgesaugt werden und das Gemisch aus Treibdampf und flüchtigen Bestandteilen anschließend kondensiert wird, welches dadurch charakterisiert ist, daß dem zu kondensierenden, auf maximal 150 °C überheizten Gemisch gleichzeitig ein teilentwässertes, erwärmtes Kondensat im Kreislauf und eine zusätzlich in das System eingebrachte Wassermenge entgegengeführt werden und anschließend der weiterströmende dampfförmige Wasseranteil kondensiert wird.

Das teilentwässerte Kondensat weist eine Temperatur im Bereich von 50 ° bis 150 °C auf und enthält eine schwersie-

dende Komponente in einer Konzentration von 20 bis 80 Gewichtsprozent, bezogen auf die Kondensatmenge.

Es ist vorteilhaft, als schwersiedende Komponente einen mehrwertigen Alkohol einzusetzen.

Die zusätzlich in das System eingebrachte, eine Temperatur im Bereich von 15° bis 30 °C aufweisende Wassermenge ist so zu bemessen, daß sie eine destillative Trennwirkung von zwei theoretischen Böden aufweist.

Die bei der Reaktion im evakuierten Polykondensationsgefäß flüchtig werdenden Bestandteile werden über einen Saugstutzen in zwei beheizte Dampfstrahlsaugerstufen gesaugt, dabei vom Wasserdampftreibdampf erfaßt, wobei sie sich mit diesem vermischen. Dem über eine beheizte Brüdenleitung in eine unter niedrigem Druck stehende Reaktionszone weiterströmendem auf maximal 150 °C überheizten Gemisch aus Treibdampf und flüchtigen Bestandteilen wird ein teilentwässertes, erwärmtes Kondensat im Kreislauf entgegengeführt. Der dabei zwischen dem Gemisch und dem Kondensat stattfindende Stoffaustausch bewirkt eine zunehmende Anreicherung der schwersiedenden Komponente in dem im Kreislauf strömenden Kondensat und damit ihre schrittweise Verringerung im dampfförmigen Gemisch. Gleichzeitig wird das dampfförmige Gemisch mit einer zusätzlich in das System eingebrachten Wassermenge beaufschlagt, wodurch sich im unteren Bereich des Gemisches ein Temperaturprofil von 50° bis 100 °C einstellt.

Das nach vielen Kreisläufen mit der schwersiedenden Komponente in einer Konzentration bis zu 80 Gewichtsprozent, bezogen auf die Kondensatmenge, angereicherte Kondensat wird einer Weiterverarbeitung unterzogen beziehungsweise im Prozeß wiederverwendet.

Der Stoffaustausch zwischen dem Gemisch und dem ihm im Kreislauf entgegengeführten Kondensat bewirkt außerdem eine Ansammlung der monomeren und oligomeren Bestandteile des Gemisches im Kondensat, die anschließend durch Filtration

wieder aus dem Kondensat entfernt werden. Der im oberen Bereich des Gemisches verbleibende, weiterströmende dampfförmige Wasseranteil wird anschließend über unbeheizte Dampfstrahlsaugerstufen Kondensationseinrichtungen zugeführt und darin kondensiert, wobei infolge der nicht mehr vorhandenen Bestandteile eine Verstopfung der unbeheizten Dampfstrahlsaugerstufen und Kondensatoren ausbleibt. Das erhaltene Kondensat ist zur Erzeugung von Wasserdampftreibdampf geeignet, der zum Betreiben der Dampfstrahlsaugerstufen erneut einsetzbar ist.

Gegenüber dem bekannten Verfahren weist die erfindungsgemäße Lösung folgende Vorteile auf:

Das Verfahren ist einfach und kostengünstig realisierbar. Eine hohe Abwasserbelastung und Umweltverschmutzung wird bei Anwendung der erfindungsgemäßen Lösung gänzlich vermieden und kostenaufwendige Abwasserbehandlungen sind nicht mehr erforderlich.

Das beim Polykondensationsprozeß von Polyäthylenterephthalat aus der Schmelze dampfförmig entweichende Äthylenglykol geht bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens nicht mehr verloren, sondern läßt sich fast vollständig wieder zurückgewinnen.

Verstopfungen der unbeheizten Dampfstrahlsaugerstufen und Kondensatoren treten nicht mehr auf, so daß ein durchgängiges Betreiben möglich ist.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an einem Ausführungsbeispiel nachstehend näher erläutert werden.

Aus dem Polykondensationsgefäß, das eine zu polykondensierende Polyäthylenterephthalat-Schmelze enthält und unter einem Druck von 267 Pa steht, entweichen bei einer Temperatur von 280 °C dampfförmiges Äthylenglykol sowie flüch-

tige monomere und oligomere Bestandteile, die über einen Saugstutzen in zwei beheizte Dampfstrahlsaugerstufen gesaugt werden und sich hier mit dem Wasserdampftreibdampf vermischen.

Über eine beheizte Brüdenleitung gelangt das eine Temperatur von 145 °C aufweisende Gemisch aus Treibdampf und flüchtigen Bestandteilen in eine unter niedrigem Druck stehende Reaktionszone, wo ihm ein 20 Gewichtsprozent Äthylenglykol enthaltendes Kondensat mit einer Temperatur von 95 °C im Kreislauf entgegengeführt wird. Gleichzeitig wird das dampfförmige Gemisch mit einer zusätzlich in das System eingebrachten, eine Temperatur von 20 °C und eine destillative Trennwirkung von zwei theoretischen Böden aufweisenden Wassermenge beaufschlagt. Der weiterströmende dampfförmige Wasseranteil des Gemisches wird anschließend über unbeheizte Dampfstrahlsaugerstufen Kondensationseinrichtungen zugeführt und kondensiert.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum Abtrennen flüchtiger Bestandteile aus Polymerschmelzen, insbesondere Polyäthylenterephthalat-schmelze, bei dem die unter Vakuum und Temperaturen von über 200 °C aus dem Polykondensationsgefäß entweichenden flüchtigen Bestandteile abgesaugt und mit Treibdampf vermischt werden und das Gemisch aus Treibdampf und flüchtigen Bestandteilen anschließend kondensiert wird, gekennzeichnet dadurch, daß dem zu kondensierenden, auf maximal 150 °C überheizten Gemisch gleichzeitig ein teilentwässertes, erwärmtes Kondensat im Kreislauf und eine zusätzlich in das System eingebrachte Wassermenge entgegengeführt werden und anschließend der weiterströmende dampfförmige Wasseranteil kondensiert wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das teilentwässerte Kondensat eine Temperatur im Bereich von 50° bis 150 °C aufweist.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß das erwärmte Kondensat eine schwersiedende Komponente in einer Konzentration von 20 bis 80 Gewichtsprozent, bezogen auf die Kondensatmenge, aufweist.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die zusätzlich in das System eingebrachte Wassermenge eine Temperatur im Bereich von 15° bis 30 °C und eine destillative Trennwirkung von zwei theoretischen Böden aufweist.