



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

PATENTCHRIFT

(19) **DD** (11) **275 583 A3**

4(51) C 08 F 14/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 08 F / 265 829 0

(22) 28.11.83

(45) 31.01.90

(71) VEB Chemische Werke Buna, Schkopau, 4212, DD

(72) Kamenz, Gerhard, Dipl.-Ing.; Ladwig, Peter, Dipl.-Chem.; Pfotenhauer, Hans-Jürgen, Dipl.-Ing.; Schilder, Gerhard, Dipl.-Chem.; Voigt, Hans-Dieter, Dr. Dipl.-Ing., DD

(54) **Verfahren zur Aufarbeitung von Polyvinylchlorid**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung von Polyvinylchlorid, das nach dem Prinzip der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation hergestellt wurde und einen K-Wert nach Fikentscher über 64, einen Emulgatorgehalt unter 2,5 %, bezogen auf PVC, und einen Feststoffgehalt von mehr als 50 % aufweist und zur Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten mit vorgegebenem Fließverhalten geeignet ist, wobei neben einer vorgegebenen Korngrößenverteilung definierte mittlere Korndurchmesser vorliegen. Das durch Sprühtrocknung in bekannter Weise erhaltene Polymerisatpulver wird vor Eintritt in einen Windsichter einem Temperprozeß entsprechend einem Temperaturquotienten T_Q von 4,5 bis 16 unterzogen und anschließend durch Fluidisierung auf eine Schüttdichte von 250 bis 520 g/l gebracht, wobei das aus der Sichtung anfallende Grobgut in bekannter Weise gemahlen, gesiebt und dem bereits aufgearbeiteten Pulver zugemischt wird. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es, das sprühgetrocknete Polymerisatpulver in einer besonders wirtschaftlichen Weise so aufzuarbeiten, daß der Anfall an Sonderqualität gering ist.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Aufarbeitung von Polyvinylchlorid, das nach dem Prinzip der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation hergestellt ist, einen K-Wert nach Fikentscher ≥ 64 , einen Emulgatorgehalt $\leq 2,5\%$, bezogen auf PVC, und einen Feststoffgehalt von mehr als 50% aufweist, durch Sprühtrocknung entwässert und zur Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten mit vorgegebenem Fließverhalten geeignet ist, wobei neben einer vorgegebenen Korngrößenverteilung definierte mittlere Korndurchmesser vorliegen, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Polymerisatpulver vor Eintritt in einen Windsichter einem Temperprozeß entsprechend einem Temperaturquotienten

$$T_Q = \frac{T_E - T_A}{T_{Fi} - T_{Fu}},$$

wobei T_E = Temperatur am Trocknereingang
 T_A = Temperatur am Trocknerausgang
 T_{Fi} = Temperatur im Filter
 T_{Fu} = Temperatur im Fluidbett

bedeuten, von 4,5 bis 16 unterzogen und anschließend durch Fluidisierung auf eine Schüttdichte von 250 bis 520 g/l gebracht wird, wobei das aus der Sichtung anfallende Grobgut in bekannter Weise gemahlen, gesiebt und dem bereits aufgearbeiteten Polymerpulver zugemischt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung von Polyvinylchlorid, das nach dem Prinzip der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation bei einem K-Wert nach Fikentscher über 64, Emulgatorgehalt unter 2,5% (bezogen auf PVC) und einen Feststoffgehalt von mehr als 50% in der Dispersion hergestellt ist, zu Polymerisatpulvern, die mittels Sprühtrocknung erhalten werden und zur Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten mit vorgegebenen Fließverhalten geeignet sind und neben einer vorgegebenen Korngrößenverteilung definierte mittlere Korndurchmesser aufweisen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, Emulsionspolymerisate des Vinylchlorids, die als wäßrige Dispersion mit unterschiedlichen Feststoffgehalten vorliegen, mittels Sprühtrocknung aufzuarbeiten. Dabei unterscheiden sich die einzelnen Verfahren im wesentlichen dadurch, wie die Zerstäubung vorgenommen wird. Bekannt sind Zerstäuberdüsen, die als Ein- oder Zweistoffdüse ausgebildet sind und Zerstäuberscheiben. Die Zerstäubung selbst wird in üblichen Trockentürmen, die meist im Gegenstrom betrieben werden, vorgenommen. Je nach den Aufarbeitungsbedingungen werden Polymerisatpulver erhalten, die z. B. für die Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten geeignet sind.

Da die Aufarbeitungsbedingungen einen wesentlichen Einfluß auf die Anwendungsmöglichkeiten der Polymerisatpulver ausüben, sind verschiedene technologische Regime bekannt. So ist in der DE-PS 2 146 753 ein Verfahren beschrieben, bei dem die Menge der Trockenluft, die Menge der Dispersion und die Temperatur am Ausgang des Trockners variiert werden.

Um zu Polymerisatpulvern, die zur Plastisolbereitung geeignet sind, zu gelangen, ist es bekannt, die trockenen Polymerisatpulver, in dem Trocknungsprozeß nachgeschalteten Prozeßstufen weiter zu behandeln. Die Pulver werden klassiert, evtl. vorhandenes Grobgut gemahlen und nochmals klassiert. Diese weiter behandelten Polymerisatpulver werden dann, in Mengen bis zu 30 Ma.-%, feinen Pulvern zugemischt. (DE-PS 1 794 004).

Es ist auch bekannt, die Dispersion unter Aufrechterhaltung bestimmter Sprühverhältnisse (Verdünsungsluftmenge zu Dispersionsmenge) aufzuarbeiten. Die so erhaltenen Pulver werden mittels Sieben vom Grobgut befreit und können danach sofort zur Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten verwendet werden.

Außerdem ist ein Verfahren bekannt, bei dem vor dem eigentlichen Trockenprozeß der Dispersion Polymerpulver zugesetzt werden (DE-PS 2 257 182). Durch Zugabe der Polymerpulver soll eine Verbesserung der physikalischen und rheologischen Eigenschaften erzielt werden.

Die genannten Verfahren weisen den Nachteil auf, daß sie nur mit entsprechendem technologischen Aufwand zu Polymerisatpulvern führen, die uneingeschränkt für die Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten mit vorgegebenen Fließverhalten geeignet sind. Ein weiterer Nachteil besteht darin, daß die Dispersion nicht restlos zu vollwertigen Polymerpulvern aufgearbeitet werden kann, sondern Reste auftreten, die für den vorgesehenen Verwendungszweck ungeeignet sind.

Ziel der Erfindung

Es ist das Ziel der Erfindung, Emulsionspolymerisate des Vinylchlorids, die durch kontinuierliche Emulsionspolymerisation erhalten worden sind, in ökonomische Weise zu Polymerisatpulvern aufzuarbeiten, die zur Bereitung von Plastisolen bzw. Pasten geeignet sind.

Darstellung des Wesens der Erfindung

Die technische Aufgabe die durch die Erfindung gelöst wird

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Aufarbeitung von Polyvinylchlorid zu entwickeln, das durch kontinuierliche Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid erhalten wurde, das es gestattet Polymerpulver herzustellen, die zur Bereitung von Pasten mit vorgegebenen Fließverhalten geeignet sind.

Merkmale der Erfindung

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem das in bekannter Weise mittels Sprühtrocknung entwässerte Polymerisatpulver vor Eintritt in einen Windsichter einem Temperprozeß entsprechen einem Temperaturquotienten

$$T_Q = \frac{T_E - T_A}{T_{Fi} - T_{Fu}} ,$$

wobei T_E = Temperatur am Trocknereingang
 T_A = Temperatur am Trocknerausgang
 T_{Fi} = Temperatur im Filter
 T_{Fu} = Temperatur im Fluidbett

bedeuten, von 4,5–16 unterzogen wird und anschließend durch Fluidisierung auf eine Schüttdichte von 250 bis 520 g/l gebracht wird, wobei das aus der Sichtung anfallende Grobgut in bekannter Weise gemahlen, gesiebt und den bereits aufgearbeiteten Polymerpulver zugemischt wird.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung soll anhand der folgenden Ausführungsbeispiele näher erläutert werden.

Beispiel 1

In einem Sprühtrockner mit 500 m³ Volumen werden mittels 44 Zweistoffdüsen etwa 4 t/h eines etwa 50%igen PVC-Latex der durch kontinuierliche Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid erhalten wurde und der demzufolge 2% Emulgator (bezogen auf PVC) bestehend aus üblicherweise eingesetzten Alkylsulfonaten mit einer Kettenlänge von 12 bis 15 C-Atomen. Die Trocknung erfolgt entsprechend des Temperaturquotienten

$$T_Q = \frac{T_E - T_A}{T_{Fi} - T_{Fu}} ,$$

wobei T_E = Temperatur am Trocknereingang
 T_A = Temperatur am Trocknerausgang
 T_{Fi} = Temperatur im Filter
 T_{Fu} = Temperatur im Fluidbett

bedeuten.

Die Turmeingangstemperatur beträgt 170°C, die Temperatur am Trocknerausgang beträgt 67°C.

Der Düsenluftdruck beträgt 0,37 bis 0,40 MPa, die Heißluftmenge etwa 80 000 Nm³/h.

Die Abscheidung des PVC-Pulvers erfolgt mit bekannten Schlauchfiltern, wobei die Lufttemperatur im Filter auf 63°C gehalten wird.

Der Produktstrom wird mittels Zentralschleuse in eine Wirbelfluideinrichtung dosiert, auf 100 µm Dederon-Gaze fluidisiert wobei eine Temperatur von 55°C und eine Schüttdichte von 480 g/l eingestellt wird.

Im freien Fall gelangt das Produkt in einen üblichen Windsichter und wird in 67% Feingut und 33% einer Grobfraction geschieden.

Die Grobfraction wird in einer Stiftmühle vermahlen und dem Filtermaterial zugeführt. Dieser Produktstrom wird über eine Siebstation aufgearbeitet. Dabei werden mehr als 95% als Feingut klassiert, weniger als 5% als Sonderqualität abgeschieden. Unter den vorgenannten Bedingungen ergibt sich der Temperaturquotient

$$T_Q = \frac{T_E(170) - T_A(67)}{T_{Fi}(63) - T_{Fu}(55)}$$

zu 12,9.

Beispiel 2

In einem Sprühtrockner mit 600 m³ Volumen werden mittels 50 Zweistoffdüsen etwa 6 t/h eines etwa 50%igen PVC-Latex getrocknet. Der Latex enthält etwa 2% Emulgator (bezogen auf PVC) bestehend aus üblicherweise eingesetzten Alkylsulfonaten mit einer Kettenlänge von 12 bis 15 C-Atomen. Die Turmeingangstemperatur beträgt 175°C, die Temperatur am Turmfuß 67°C. Der Düsenluftdruck beträgt 0,37 bis 0,40 MPa, die Heißluftmenge etwa 100 000 Nm³/h.

Die Abscheidung des Pulvers erfolgt mit bekannten Schlauchfiltern wobei die Temperatur im Filter auf 58°C gehalten wird. Die Hälfte des Produktstroms (etwa 1,5t/h) wird in eine Wirbelfluideinrichtung auf 100µm Dederongaze fluidisiert wobei eine Temperatur von 40°C und eine Schüttdichte von 440 g/l eingestellt wird. Die Aufarbeitungsbedingungen entsprechen erfindungsgemäß einem Temperaturquotienten Q von 6,0 entsprechend

$$T_Q = \frac{T_E(175) - T_A(67)}{T_F(58) - T_{Fu}(40)} = 6$$

Das so behandelte Produkt gelangt im freien Fall in einen üblichen Windsichter und wird in 75 % Feingut und 25 % Grobfraktion geschieden. Die Grobfraktion (0,37t/h) wird in einer Stiftmühle vermahlen und dem Filtermaterial der zweiten Produkthälfte zugeführt. Dieser Produktstrom (etwa 1,87t/h) wird über eine Siebstation aufgearbeitet. Dabei werden mehr als 95 % des Feingutes klassiert (etwa 1,77t/h) und 5 % als Sonderqualität abgeschieden.

Damit ergibt sich folgende Bilanz:

Plastisoltype I 1,13t/h – universell einsetzbar

Plastisoltype II 1,77t/h – universell einsetzbar Type eingeschränkt lagerstabil

Sonderqualität 0,1t/h.