



(10) **DE 10 2009 007 641 A1** 2010.08.19

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2009 007 641.7**

(22) Anmeldetag: **05.02.2009**

(43) Offenlegungstag: **19.08.2010**

(51) Int Cl.⁸: **B01D 1/00** (2006.01)

C08F 6/10 (2006.01)

B29B 7/84 (2006.01)

B29B 7/82 (2006.01)

(71) Anmelder:
List Holding AG, Arisdorf, CH

(74) Vertreter:
**Patent- und Rechtsanwälte Dres. Weiss, Arat &
Stern Partnerschaftsgesellschaft, 78234 Engen**

(72) Erfinder:
**Diener, Andreas, 09603 Großschirma, DE; Fleury,
Pierre-Alain, Dr., Ramllinsburg, CH; Isenschmid,
Thomas, Dr., Magden, CH; Kunz, Alfred, MuttENZ,
CH; Schwick, Alain, Allschwil, CH; Steiner,
Manuel, Basel, CH; Witte, Daniel, Dr., 79639
Grenzach-Wyhlen, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE 101 50 900 C1

DE 23 49 106 C3

DE 10 2006 015541 A1

US 61 50 498 A

US 49 09 898 A

EP 09 10 588 B1

EP 08 53 491 B1

EP 02 62 594 B1

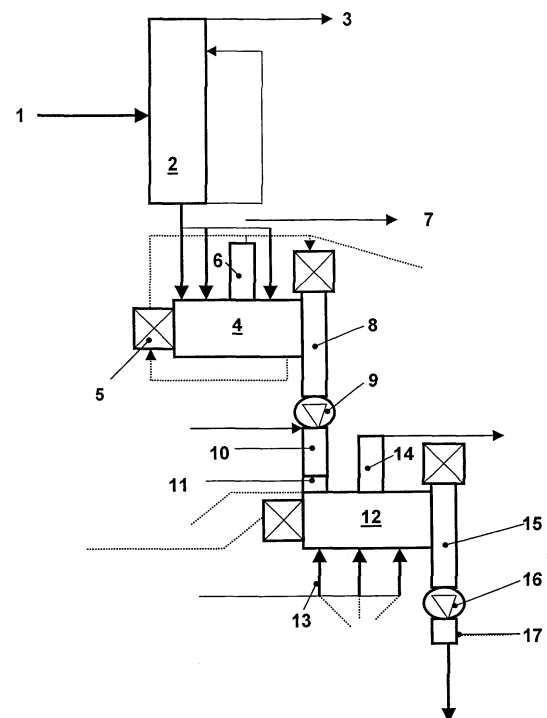
EP 05 17 068 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Behandlung von Stoffgemischen**

(57) Zusammenfassung: Bei einem Verfahren zur kontinuierlichen thermischen Trennung von Stoffgemischen, insbesondere Lösungen, Suspensionen und Emulsionen, soll die kontinuierliche Behandlung der Stoffgemische in eine Hauptverdampfung und eine Entgasung unterteilt werden, wobei die Hauptverdampfung und die Entgasung in jeweils einem separaten Mischkneiter stattfindet.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen thermischen Trennung von Stoffgemischen, insbesondere von Lösungen, Suspensionen und Emulsionen.

STAND DER TECHNIK

[0002] Die industrielle Herstellung von Stoffgemischen, insbesondere jedoch keineswegs einschränkend die Herstellung von Polymeren, insbesondere von homo- und co-polymeren Elastomeren, erfolgt durch Polymerisationsreaktionen im sogenannten Solution-Polymerisationsverfahren, wobei für eine bessere Durchmischung durch die Verwendung von Lösungsmittel die Viskosität im Rührkesselreaktor abgesenkt wird. Aus der dabei entstehenden Polymerlösung muss das Lösemittel abgetrennt werden. Die Entfernung dieses Verdünnungsmittels erfolgt heute im Koagulation- und Strippverfahren, wobei grosse Mengen Energie in Form von Strippdampf (wet process) eingesetzt werden. Nach diesem Schritt muss das Polymer durch eine mechanothermische Trocknung aufwendig vom Strippmedium abgetrennt werden. Die Entfernung des Strippmediums erfolgt zweistufig über ein mechanisches Abpressen und atmosphärisches Trocknen. Während dieser Prozesse wird sehr viel Energie in Form von Wasserdampf und sehr viel Waschwasser benötigt, was zu hohen Abwassermengen und, aufgrund der grossen offenen Aggregate, zu hohen Emissionen führt. Parallel dazu muss das Strippmittel und das Lösungsmittel wiederum sehr aufwendig voneinander getrennt werden. Das bestehende Verfahren ist damit eine energetisch sehr ineffiziente, eine von hohen Emissions- und Investitionskosten gekennzeichnete uneffektive Technologie. Die bestehende Technologie ist bekannt, die Risiken sind gering und die Katalysatorsysteme sowie die Verarbeitung sind auf diese Technologie zugeschnitten.

[0003] In der US 3 683 511 A wird eine Methode beschrieben, die speziell für die Entgasung polybutadienhaltiger Polymerlösungen und Lösungen, wo im Polymer mehr als 50% Butadien einpolymerisiert ist, erarbeitet wurde. Erfindungsgemäss wird die Entfernung des Lösungsmittels dadurch gelöst, dass in den Extruder Wasser zugegeben wird.

[0004] Ähnliche Lösungen werden auch in der US 4 909 898 A und der EP 0 262 594 B1 vorgestellt. In diesen Veröffentlichungen wird die Polymerlösung in die Mixer-/Kneaderzone gebracht und das Lösungsmittel bei der Temperatur verdampft, bei der die Oberfläche der Wärmeübergangsfläche eine höhere Temperatur hat als die Siedetemperatur des am niedrigst siedenden Lösungsmittels. Dabei wird ebenfalls eine mit dem Polymeren unmischbare Flüssigkeit zugegeben, in diesem Fall Wasser.

[0005] In der US 6 150 498 A und der EP 0 910 588 B1 wird ein Verfahren zur Entgasung von EPDM und ähnlichen Polymeren, wie Polyethylen, Polypropylen, Ethylenpropylengummi und Polystyrol mit einem thermischen Trockner vorgestellt. Dabei besteht der thermische Trockner aus einem horizontalen Mantel und einer rotierenden Welle innerhalb des Mantels, Scheibenelemente, die auf der Welle angeordnet sind und stationäre Gegenzapfen aufweisen, die auf der Innenseite des Mantels angebracht sind. Die Anwendung einer solchen Technologie ist auf Polymerlösungen, die grössere Mengen an Dissipationsenergie absorbieren können, beschränkt, da sich das Polymer sonst zu sehr erhitzt oder die Entgasungsleistung unzureichend ist.

[0006] Neben den energetischen Aspekten und den hohen Emissionen sind vor allem der hohe Aufwand für die Wasserabtrennung für die modernen wasserempfindlichen anionische Polymerisationsverfahren und die Aufarbeitung von extrem temperaturempfindlichen Produkten eine Triebkraft zur Modernisierung des Verfahrens.

Aufgabe

[0007] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, den Energie- bzw. Wasserdampf- und den Wasserverbrauch zu reduzieren, um die Energiebilanz des Prozesses zu verbessern sowie die Effizienz neuer Verfahren zu erhöhen. Parallel dazu können temperaturempfindliche Stoffgemische hergestellt werden, die mit der bestehenden Technologie nicht bzw. nur unter Zugabe von speziellen Antioxydanten herstellbar sind. Das neue Aufbereitungsverfahren (dry process) hat das Ziel, den Prozess energieeffizienter, umweltfreundlicher und flexibler zu machen.

Lösung der Aufgabe

[0008] Zur Lösung der Aufgabe führt, dass die kontinuierliche Behandlung der Stoffgemische in eine Hauptverdampfung und eine Entgasung unterteilt wird, wobei die Hauptverdampfung und die Entgasung in jeweils einem separaten Mischknetter stattfinden.

[0009] Es handelt sich insbesondere und bevorzugt um ein Verfahren und eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Behandlung einer Polymerlösung durch direkte Verdampfung von Lösungsmittel, Monomer, Katalysator-, Initiator- oder Reaktionsresten aus der Polymerisation von elastomer-haltigen Polymerlösungen in Mischknettern mit einer oder zwei Rührwellen. Dabei wird eine niedrigviskose Polymerlösung erstens in einer Verdampfungsschleife, zweitens in einem Verdampfungsmischknetter und drittens in einem Entgasungsknetter behandelt. Dieses Verfahren eignet sich speziell für temperaturempfindliche Polymere, die bis maximal 160°C behandelt werden dürfen. Es

soll aber ausdrücklich festgehalten werden, dass sich das erfindungsgemässe Verfahren auf die entsprechende Behandlung von anderen Stoffgemischen bezieht, gleichgültig ob es sich um Lösungen, Suspensionen oder Emulsionen handelt. Alle entsprechenden Stoffgemische sollen von der vorliegenden Erfindung umfasst sein.

[0010] Bevorzugt wird, ein dünnflüssiges Stoffgemisch zuerst in einer Verdampfungsschleife mit Kontaktwärme vorzukonzentrieren und dann als viskose Lösung in einen Verdampfungsmischknetzer so zu dosieren, dass die Viskosität in diesem Aggregat ausreicht, um mehrheitlich über Friktion die Verdampfungsenergie bereit zu stellen, um über 90% des der Lösung zugeführten Fluids (z. B. Lösungsmittel) zu verdampfen. Die eingetragene thermische und mechanische Energie wird dabei direkt zur Verdampfung des Lösungsmittels genutzt, wobei das Druckniveau so eingestellt wird, dass die maximale Stoffgemischtemperatur aufgrund der Verdampfungskühlung des Lösungsmittels nicht überschritten wird.

[0011] Aus diesem Verdampfungsknetzer wird ein Stoffgemisch mit ca. 10% Restfeuchte (z. B. Lösungsmittel) ausgetragen und in einen Entgasungsknetzer dosiert, um dort auf die endgültig gewünschte Restfeuchte (z. B. Restlösungsmittelkonzentration) eingedampft zu werden.

[0012] Zur Verbesserung des Entgasungsprozesses werden kleine Mengen eines Fluids (z. B. Wasser) in den Entgasungsknetzer dosiert, das durch das Verdampfen auf der Oberfläche des Stoffgemisches die für eine Oberflächenerneuerung eingetragene mechanische Energie wieder abführen, so dass die Stoffgemischtemperatur exakt eingestellt werden kann, z. B. um Überhitzung und thermische Schädigung zu vermeiden.

[0013] Parallel dazu hilft der entstehende Fluidampf (z. B. Wasserdampf) im Brüdenraum als Strippmittel Partialdruck senkend und kann, im Gegensatz zur kontaminierten heissen Trocknungsluft (hot air) des bestehenden Prozesses, komplett mit dem Lösungsmittel kondensiert werden.

[0014] Das gefundene Verfahren eignet sich für hoch temperaturempfindliche und weniger empfindliche Stoffgemische, wie zum Beispiel für die direkte Eindampfung von butadien- und butylstämmigen Elastomeren, wie BR, SBR, SBS, SIS, SBM HBR, NBR oder auch EPDM-stämmigen Elastomeren sowie zur Eindampfung von Copolymerlösungen, die direkt co-polymerisiert werden oder aus zwei Polymerlösungen vor der direkten Eindampfung gemischt werden, wie z. B. Polymerlösungen aus gemischten SBS und SBR Lösungen, also schwierig mischbaren Elastomeren und Plastomeren.

[0015] Aufgrund des geschlossenen Systems des dry process können über 98% des Lösungsmittels im Kreislauf ohne aufwendige Wasserabtrennung zurückgeführt und die Lösemittelmissionen bzw. die belastete Abwasser- und Abgasmenge enorm reduziert werden.

[0016] Entgegen dem genannten Stand der Technik macht es die Erfindung möglich, mittels Extrudern oder Knetmaschinen elastomerhaltige Polymerlösungen, speziell reine Polybutadienlösungen, direkt und ohne weitere Hilfskomponenten, auf beliebige Restlösungsmittelgehalte zu entgasen.

[0017] Die Mischknetzer, mit denen die hier vorliegende Erfindung getestet wurde, sind ein- oder zweiwellig, gleich- oder gegenläufig, und werden in den Patenten DE 2 349 106 C, EP 0 517 068 A1, EP 0 853 491, DE 101 50 900 C1 (PTC/EP 02/11578; WO 03/035235A1) detailliert beschrieben. Sie werden bis zu einer Grösse von 25'000 Liter freiem Volumen hergestellt und können für die Direktverdampfung eingesetzt werden.

[0018] Die Unteransprüche beschreiben vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemässen Verfahrens.

Figurenbeschreibung

[0019] Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines bevorzugten Ausführungsbeispiels sowie anhand der Zeichnung; diese zeigt in ihrer einzigen Figur eine blockschaltbildliche Darstellung eines Verfahrensaufbaus einer erfindungsgemässen mehrstufigen Anlage zur kontinuierlichen thermischen Trennung von Stoffgemischen, insbesondere zur Behandlung von Polymerlösungen.

[0020] Eine beliebige Polymerlösung **1** wird als erstes einem Verdampfer **2** zugeführt. Bei diesem Verdampfer **2** kann es sich bspw. um eine Verdampfungsschleife handeln. In dem Verdampfer **2** findet eine Vorkonzentration statt. Die dünnflüssige, meistens direkt aus der Lösungsmittelpolymerisation stammende Polymerlösung mit ca. 5 bis 50% Polymergehalt wird durch eine thermische Behandlung auf etwa 20 bis 80% aufkonzentriert. Die verdampften, flüchtigen Bestandteile (Brüden) werden aus dem Verdampfer abgezogen und einem Kondensator **3** zugeführt.

[0021] Die aufkonzentrierte Polymerlösung gelangt dann aus dem Verdampfer **2** in einen Verdampfungsknetzer **4**. Dabei handelt es sich bevorzugt um einen horizontalen Mischknetzer mit einem oder mehreren horizontal angeordneten Knetwellen, an denen sich entsprechende Knetelemente befinden. Diesen Knetwellen ist ein Antrieb **5** zugeordnet.

[0022] Die aufkonzentrierte Polymerlösung kann an einer oder mehreren Stellen nacheinander oder gleichzeitig eindosiert werden. Dabei soll die Dosiermenge der Polymerlösung jeweils durch eine vorgegebene Produkttemperatur gesteuert werden.

[0023] Dem Verdampfungskneter **4** sitzt wiederum ein Brüdendom **6** zum Abzug der leicht flüchtigen Bestandteile auf, die wiederum in einem Kondensator **7** kondensiert und ausgetragen werden können.

[0024] Die jetzt im Verdampfungskneter **4** aufkonzentrierte Polymerlösung wird über einen Polymerausstrag **8** kontinuierlich ausgetragen. Dabei soll die aus dem Verdampfungskneter **4** ausgetragene Polymerlösung durch einen Druckaufbau, vorzugsweise durch eine Zahnradpumpe **9**, auf einen Druck von mehr als 10 bar gebracht werden. In die unter Druck stehende Polymerlösung wird nun, falls erforderlich, ein flüssiges oder gasförmiges Additiv eindosiert und in einem Mischrohr **10**, einem statischen oder dynamischen Mischer möglichst homogen in die Polymerlösung eingemischt. Diese Mischung wird dann im vorliegenden Ausführungsbeispiel durch eine Düsenplatte **11** in einen nachgeschalteten Entgasungskneter **12** zur Entgasung entspannt, wobei durch eine schlagartige Verdampfung der flüchtigen Bestandteile und der Additive eine Erhöhung der Partikeloberfläche stattfindet. Dies geschieht analog dem sogenannten Popkorneffekt.

[0025] In dem Entgasungskneter entsteht eine Propfenströmung für die Polymerlösung, wobei diese einer stetigen aktiven Oberflächenerneuerung unterliegt und dabei mechanische Dissipationsenergie in der Polymerlösung absorbiert wird.

[0026] Während der Entgasung wird die Polymerlösungstemperatur im Entgasungskneter durch die Zugabe von leicht verdampfbaren, in der Polymerlösung nicht löslichen Additiven an einer oder mehreren Stellen im Entgasungskneter unterhalb der Polymerschädigungstemperatur gehalten. Dies ist durch die Pfeile **13** dargestellt. Das Ganze wird über Temperaturmessinstrumente kontrolliert, über die auch die entsprechend dosierte Additivmenge für die Verdampfungskühlung geregelt wird.

[0027] Auf dem Entgasungskneter **12** sitzt ein weiterer Brüdendom **14** auf, über den wiederum leicht flüchtige Bestandteile aus dem Entgasungskneter ausgetragen werden.

[0028] An den Entgasungskneter **12** schliesst ein weiterer Polymerausstrag **15** an, wobei die nunmehr fertige Polymermasse durch einen weiteren Druckaufbau, vorzugsweise durch eine weitere Zahnradpumpe **16**, auf einen Druck von mehr als 10 bar gebracht wird.

[0029] Diese Polymermasse gelangt dann in eine Schneidevorrichtung **17**, in der sie vorzugsweise granuliert oder auf eine sonstige gewünschte Form gebracht wird. Dieses Granulat wird dann ausgetragen.

Bezugszeichenliste

1	Polymerlösung
2	Verdampfer
3	Kondensator
4	Verdampfungskneter
5	Antrieb
6	Brüdendom
7	Kondensator
8	Polymerausstrag
9	Zahnradpumpe
10	Mischrohr
11	Düsenplatte
12	Entgasungskneter
13	Pfeil
14	Brüdendom
15	Austrag
16	Zahnradpumpe
17	Schneidevorrichtung

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 3683511 A [\[0003\]](#)
- US 4909898 A [\[0004\]](#)
- EP 0262594 B1 [\[0004\]](#)
- US 6150498 A [\[0005\]](#)
- EP 0910588 B1 [\[0005\]](#)
- DE 2349106 C [\[0017\]](#)
- EP 0517068 A1 [\[0017\]](#)
- EP 0853491 [\[0017\]](#)
- DE 10150900 C1 [\[0017\]](#)
- EP 02/11578 [\[0017\]](#)
- WO 03/035235 A1 [\[0017\]](#)

Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen thermischen Trennung von Stoffgemischen, insbesondere von Lösungen, Suspensionen und Emulsionen, **dadurch gekennzeichnet**, dass die kontinuierliche Behandlung der Stoffgemische in eine Hauptverdampfung und eine Entgasung unterteilt wird, wobei die Hauptverdampfung und die Entgasung in jeweils einem separaten Mischknetzer stattfinden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Hauptverdampfung eine Vorkonzentration vorgeschaltet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die flüchtigen Bestandteile des Stoffgemisches (**3**) unter Zugabe von geringen Mengen von Additiven, die über die Länge des Mischkneters eindosiert werden, nahezu vollständig abgetrennt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge an Zusatzstoffen so eingestellt wird, dass die Energiebilanz aus dissipierter Knetenergie, Kontaktheizung oder -kühlung durch Welle und Gehäuse des Mischkneters und der Verdampfungskühlung des Zusatzstoffes und anderer flüchtiger Bestandteile eine Temperatur ergeben, die eine effiziente Entfernung der unerwünschten flüchtigen Bestandteilen aus einem pastösen Stoffgemisch gewährleistet.

5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Vermischen des Zusatzstoffes das Entstehen von Keimen für Mikrobläschen in dem Stoffgemisch begünstigt, die die unerwünschten flüchtigen Bestandteile aufnehmen und z. B. durch eine drehende Welle an die Stoffgemischoberfläche transportiert werden, wodurch die Entgasungsleistung an unerwünschten flüchtigen Bestandteilen wesentlich begünstigt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe der Additive günstigere Produktverhalten insbesondere in Bezug auf Oberflächen, Viskosität od. dgl. erzeugt.

7. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der zugeführte Zusatzstoff gleichmäßig über die Länge oder punktuell verteilt über das Stoffgemisch bzw. über die Länge des Mischkneters zudosiert wird.

8. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck im einem Gasraum des Kneters periodisch variiert wird, um die Kreation von Mikrobläschen in der Schmelze zusätzlich zu begünstigen und damit die Entgasungsleistung zusätzlich zu steigern.

9. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 3 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass durch die Zugabe von geringen Mengen Additiven das Stoffgemisch chemisch nicht verändert, keine anwendungstechnische Schädigung sowie Veränderung der Stoffgemischeigenschaften auftreten.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Stoffgemischen um elastomerhaltige und plastomerhaltige Homo-Polymerlösungen, Polymerlösungsgemische oder Copolymerlösungen aus der Lösungspolymerisation handelt, wie zum Beispiel butadien- oder butylstämmige Homo- oder Copolymere-Polymerlösungen, Polyisopren- oder Polyethylenpropylenlösungen.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Polymerlösungen um nach der Lösungsmittelpolymerisation in beliebigem Verhältnis vermischte Polymerlösungen handelt.

12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei mindestens einer Polymerlösung um eine Lösung eines elastomerhaltigen Polymers handelt.

13. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Stoffgemisch um ein temperaturempfindliches Polymer handelt.

14. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den abzutrennenden flüchtigen Bestandteilen um Lösemittel oder Lösemittelsysteme bzw. nicht umgesetzte Monomere, Katalysatoren-, Initiatoren-, Stabilisatoren-, Antioxydationsmittel- oder Polymerisationsresten handelt.

15. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 2 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorkonzentrierung des dünnflüssigen Stoffgemisches mit 5 bis 50% Stoffgehalt durch eine thermische Behandlung, vorzugsweise, aber nicht zwingend, in einer Verdampfungsrohrschleife (**2**), bis auf eine noch pumpfähige, mit höher konzentriertem Stoffgemisch von 20 bis 80% aufkonzentriert wird.

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass das aufkonzentrierte Stoffgemisch in einen der Vorkonzentration nachgeschalteten Verdampfungsknetzer (**4**) zur Hauptverdampfung dosiert und auf einen Restgehalt an flüchtigen Komponenten von kleiner 20%, vorzugsweise von 2 bis 12% verdampft wird.

17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass das aufkonzentrierte Stoffge-

misch in den Verdampfungskneter (4) an einer oder mehreren Stellen gleichzeitig dosiert wird.

18. Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Dosiermenge des Stoffgemisches jeweils durch eine Temperatur gesteuert wird.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass durch die Verteilung der aufkonzentrierten Stoffgemisch im Verdampfungskneter (4) ein homogenes hochviskoses Stoffgemisch entsteht, in das grosse Mengen an mechanischer Dissipationsenergie durch Friktion eingetragen werden kann.

20. Verfahren nach einem der Anspruch 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass durch die Verteilung des aufkonzentrierten Stoffgemisches im Verdampfungskneter die Schaumbildung unterdrückt wird und sehr hohe spezifische Kontaktwärme pro Heizflächeneinheit erreicht wird.

21. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass die verdampften flüchtigen Bestandteile, Brüden genannt, über einen Brüdenstutzen aus dem Verdampfungskneter abgezogen, sich im Brüdenom (6) beruhigen und die kondensierbaren Komponenten in einem über ein Brüdenrohr verbundenen Kondensator (7), vorzugsweise einem Spraykondensator oder einem luftgekühlten Kondensator, fast vollständig niedergeschlagen und aus dem geschlossenen System ausgeschleust sowie die nicht kondensierbaren Komponenten der technologischen Weiterbehandlung zugeführt werden.

22. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass ein Prozessdruck so gewählt wird, dass die Verdampfungskühlung der flüchtigen Bestandteile eine Schädigung des Stoffgemisches durch Überhitzung verhindert, vorzugsweise zwischen 10 und 2000 mbar abs.

23. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass eine Heiztemperatur des Verdampfungskneters (4) und die maximale Stoffgemischtemperatur zu keinem Prozesszeitpunkt die Schädigungstemperatur erreichen oder überschreiten und vorzugsweise zwischen 60°C und 160°C eingestellt werden.

24. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass das im Verdampfungskneter (4) aufkonzentrierte Stoffgemisch über einen direkt in dem Verdampfungskneter integrierten Austrag (8) kontinuierlich ausgetragen wird.

25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, dass das aus dem Verdampfungskneter (4) ausgetragene Stoffgemisch durch einen Druckaufbau, vorzugsweise durch eine Zahnradpumpe (9), auf einen Druck von mehr als 1 bar gebracht wird.

26. Verfahren nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, dass die Massebilanz in dem Mischkneter mittels der Drehzahl der Zahnradpumpe konstant gehalten wird, also der Austrag aus dem Kneter und die Konstanz des Massestromes getrennt werden, wobei die Zahnradpumpe für die Konstanz der Massebilanz verantwortlich ist.

27. Verfahren nach Anspruch 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, dass der direkt in dem Mischkneter integrierte Austrag soviel Druck aufbaut, dass die Zahnradpumpe ausreichend Vordruck hat und annähernd gleichmässig gefüllt ist, sowie dieser Zusammenhang geregelt wird, aber nicht zwingend geregelt werden muss.

28. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 25 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass in das unter Druck stehende Stoffgemisch ein flüssiges oder gasförmiges Additiv dosiert wird.

29. Verfahren nach Anspruch 28, dadurch gekennzeichnet, dass das in das Stoffgemisch dosierte Additiv in einem Mischrohr (10), einem statischen oder dynamischen Mischer möglichst homogen in das Stoffgemisch eingemischt wird.

30. Verfahren nach Anspruch 28 oder 29, dadurch gekennzeichnet, dass das flüssige Additiv eine frei wählbare Temperatur hat, vorzugsweise zwischen 10°C und 160°C, und vorzugsweise Wasser, Alkohol oder ein verflüssigtes Gas, vorzugsweise Kohlendioxid oder Butan ist.

31. Verfahren nach einem der Ansprüche 28 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass das gasförmige Additiv eine frei wählbare Temperatur hat, vorzugsweise zwischen 10°C und 160°C, und vorzugsweise Kohlendioxid, Stickstoff oder Luft ist.

32. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 27 bis 31, dadurch gekennzeichnet, dass das unter Druck von über 1 bar stehende, mit Additiven homogen vermischte Stoffgemisch durch eine Düsenplatte (11) in einen nachgeschalteten Entgasungskneter (12) zur Entgasung entspannt wird, wobei durch eine schlagartige Verdampfung der flüchtigen Bestandteile und der Additive eine Erhöhung der Partikeloberfläche stattfindet, analog des Popkorneffektes.

33. Verfahren nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsenform, die Düsenanord-

nung, die Lochzahl und der Abstand der Löcher in der Düsenplatte (11) optimal auf die Verkürzung des Diffusionsweges, die Möglichkeit des freien Gasabtransportes und die Verlängerung der Diffusionszeit abgestimmt sind.

34. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 33, dadurch gekennzeichnet, dass das Stoffgemisch in Pfropfenströmung im Entgasungskneter (12) einer stetigen aktiven Oberflächenerneuerung unterliegt und dabei mechanische Dissipationsenergie in das Stoffgemisch absorbiert wird.

35. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 34, dadurch gekennzeichnet, dass die Stoffgemischstemperatur während der Entgasung im Entgasungskneter (12) durch die Zugabe von leicht verdampfbaren oder gasförmigen, in dem Stoffgemisch nicht löslichen Additiven an einer oder mehreren Stellen im Entgasungskneter (12) unterhalb der Schädigungstemperatur für das Stoffgemisch gehalten wird.

36. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, dass die in den Entgasungskneter (12) zugegebenen Additive zum Beispiel Wasser, Alkohole oder Gase sind.

37. Verfahren nach Anspruch 35 oder 36, dadurch gekennzeichnet, dass durch die Zugabe der leicht verdampfbaren Additive im Entgasungskneter (12) durch Verdampfungskühlung die Stoffgemischstemperatur limitiert wird.

38. Verfahren nach Anspruch 37, dadurch gekennzeichnet, dass die Limitierung der Temperaturerhöhung des Stoffgemisches durch die mechanisch eingetragene Dissipationsenergie für die Oberflächenerneuerung im Entgasungskneter (12) über Temperaturmessinstrumente kontrolliert und die entsprechend dosierte Additivmenge für die Verdampfungskühlung geregelt wird.

39. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 35 bis 38, dadurch gekennzeichnet, dass durch die Verdampfung der leicht verdampfbaren oder gasförmigen Additive der Partialdruck in der Gasphase der aus dem Stoffgemisch zu entfernenden flüchtigen Bestandteile deutlich abgesenkt wird, wodurch ein die Diffusion beschleunigender Strippereffekt entsteht.

40. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 35 bis 39, dadurch gekennzeichnet, dass die flüchtigen Bestandteile aus dem Stoffgemisch im Entgasungskneter (12) unter die gewünschten Restgehalte, vorzugsweise 10 bis 10000 ppm, abgesenkt werden.

41. Verfahren nach wenigstens einem der An-

sprüche 35 bis 40, dadurch gekennzeichnet, dass die verdampften flüchtigen Bestandteile, Brüden genannt, über einen Brüdenstutzen aus dem Entgasungskneter abgezogen, sich im Brüdenraum (14) beruhigen und die kondensierbaren Komponenten in einem über ein Brüdenrohr verbundenen Kondensator, vorzugsweise einem Spraykondensator, fast vollständig niedergeschlagen und aus dem geschlossenen System ausgeschleust sowie die nicht kondensierbaren Komponenten der technologischen Weiterbehandlung zugeführt werden.

42. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 35 bis 41, dadurch gekennzeichnet, dass der Prozessdruck so gewählt wird, dass die Verdampfungskühlung der flüchtigen Bestandteile und der zugegebenen verdampfbaren Additive eine Schädigung des Stoffgemisches durch Überhitzung verhindern, vorzugsweise zwischen 10 und 2000 mbar abs.

43. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 35 bis 42, dadurch gekennzeichnet, dass die Heiztemperatur des Entgasungskneters (12) und die maximale Stoffgemischtemperatur zu keinem Prozesszeitpunkt die Schädigungstemperatur erreichen oder überschreiten und vorzugsweise zwischen 60°C und 160°C eingestellt werden.

44. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 35 bis 43, dadurch gekennzeichnet, dass das im Entgasungskneter (12) aufkonzentrierte Stoffgemisch über einen direkt in dem Entgasungskneter integrierten Austrag (15) kontinuierlich ausgetragen wird.

45. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 44, dadurch gekennzeichnet, dass das aus dem Entgasungskneter (12) ausgetragene, von den flüchtigen Bestandteilen befreite Stoffgemisch, nun als Masse bezeichnet, durch einen weiteren Druckaufbau, vorzugsweise durch eine Zahnpumpe (16), auf einen Druck von mehr als 1 bar gebracht wird.

46. Verfahren nach Anspruch 45, dadurch gekennzeichnet, dass die Masse durch eine Düsenplatte mit einer vorgeschalteten Schneidevorrichtung (17), vorzugsweise einen Granulator, in eine Form gebracht wird, die für die weitere Verarbeitung des Mass sinnvoll ist, und vorzugsweise, aber nicht zwingend einer Ballenpresse zugeführt wird.

47. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 46, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungskneter (4) und der Entgasungskneter (12) für die Behandlung von Stoffgemischen und Polymermassen unterschiedlicher Zusammensetzung, das homogene Vermischen, das Entfernen flüchtiger Bestandteile und das Verarbeiten von hochviskosen Stoffgemischen bzw. Polymermassen geeignet sind.

48. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 47, dadurch gekennzeichnet, dass in dem Verdampfungskneter (4) und dem Entgasungskneter (12) ein Schneckensystem für das Austragen von Stoffgemischen und Polymermassen unterschiedlicher Zusammensetzung integriert ist.

49. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 48, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungskneter (4) und der Entgasungskneter (12) grossvolumige, selbstreinigende, ein- oder mehrwellige Mischkneter sind, die Gehäuseseitig (vorzugsweise mit Doppelmantel) und/oder Kneterwellenseitig (unabhängig) temperierbar sind.

50. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 49, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungskneter (4) und der Entgasungskneter (12) bei unterschiedlichen Drücken, vorzugsweise bei 10 mbar abs bis 2000 mbar abs, und Temperaturen, vorzugsweise bei 60 bis 250°C, mit unterschiedlichen Füllgraden, vorzugsweise von 20 bis 80%, kontinuierlich betrieben werden.

51. Verfahren gemäss wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 50, dadurch gekennzeichnet, dass die beschriebenen Mischkneter (4, 12) bei unterschiedlichen Drehzahlen und Drehmomenten betrieben werden können, vorzugsweise bei Drehzahlen von 5 bis 150 rpm und spezifischen, auf das Apparatvolumen bezogenen Drehmomenten von 1 Nm/l bis 100 Nm/l.

52. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 51, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit des Stoffgemisches in dem Verdampfungskneter (4) und dem Entgasungskneter (12) so kurz wie möglich ist, vorzugsweise 5 min bis maximal 2 Stunden je Apparat.

53. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 52, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungskneter (4) und der Entgasungskneter (12) ein freies Volumen von 2 Liter bis 25000 Liter besitzen.

54. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 53, dadurch gekennzeichnet, dass die technologische Anordnung der prozessrelevanten Elemente, die Konfiguration der Mischkneter (4, 12) und die Prozessparameter so gewählt werden, dass eine Schaumbildung vermieden wird sowie, falls unerwünschter Schaum sich bildet, er mit geeigneten Mitteln reduziert resp. zerstört/eliminiert werden kann.

55. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 54, dadurch gekennzeichnet, dass in allen technologischen Stufen genügend Grenzflächen für einen optimalen Stoffübergang innerhalb des Stoffgemisches bzw. der Masse und dem Über-

gang der flüchtigen Bestandteile an die Gasphase geschaffen wird.

56. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 55, dadurch gekennzeichnet, dass der technologische Weg der Brüden zumindest teilweise mit antihafbeschichtetem Material ausgekleidet ist, um ein Anhaften bzw. das Anbacken von Stoffgemisch zu vermeiden.

57. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 56, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfung von flüchtigen Bestandteile im Verdampfungskneter (4) über die Drehzahl der Kneterwelle in Abhängigkeit von der Austrittstemperatur geregelt wird.

58. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 57, dadurch gekennzeichnet, dass bei gleichbleibender Drehzahl der Kneterwellen die in den Verdampfungskneter (4) dosierte Stoffgemischmenge an die jeweilige Verdampfungsleistung angepasst und damit in Abhängigkeit von den Produkttemperatur geregelt wird.

59. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 58, dadurch gekennzeichnet, dass eine Erhöhung des Durchsatzes durch die Erhöhung der Drehzahl der Kneterwellen und dem dadurch höheren Dissipationsenergieeintrag folgende höhere Verdampfungsleistung sich in einer steigenden Temperatur bemerkbar macht und deshalb aufgrund der Verknüpfung von Temperatur und Dosiermenge eine Durchsatzerhöhung und ebenso umgekehrt bei Reduzierung der Drehzahl eine Durchsatzreduzierung erfolgt.

60. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 3 bis 59, dadurch gekennzeichnet, dass die Stoffgemischtemperatur bei konstanter Drehzahl mit der entsprechenden Zugabemenge an leicht verdampfbaren Additiven geregelt wird.

61. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 3 bis 60, dadurch gekennzeichnet, dass der hold up im Entgasungskneter über die ausgetragene Masse geregelt wird, wodurch sich die mechanisch eingetragene Dissipationsenergie und die Verdampfungskühlung des Additives nahezu ausgleichen und eine Überhitzung des Stoffgemisches verhindern.

62. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 61, dadurch gekennzeichnet, dass eine jeweils in den Mischkneter integrierte Austragsvorrichtung das Stoffgemisch aus dem Prozessraum austrägt, einen Vordruck für die nachgeschaltete Drückerhöhung aufbaut, vorzugsweise für eine Zahnradpumpe, und diesen konstant hält.

63. Verfahren nach wenigstens einem der An-

sprüche 1 bis 62, dadurch gekennzeichnet, dass das konzentrierte Stoffgemisch von dem in dem Mischknetter integrierten Austragsorgan direkt durch eine druckfeste Rohrleitung zur nachgeschalteten Druckerhöhung transportiert wird bzw. von der Druckerhöhung, vorzugsweise einer Zahnradpumpe, ebenfalls durch eine druckfeste Rohrleitung zur nächsten Prozessstufe transportiert wird, ohne dabei eine Produktschädigung zu erfahren.

64. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 63, dadurch gekennzeichnet, dass die hohen Drehmomente, hohen Drehzahlen und hohen Leistungen für die in die Verdampfungsstufe einzutragende Dissipationsenergie über ein spezielles Antriebskonzept erfolgt, bei dem ein frequenzgesteuerter Elektromotor einen sehr grossen Hydraulikmotor als Ölmengenlieferant, sozusagen als Pumpe, benutzt und diese grosse Ölmenge direkt zum Hydraulikmotor des Verdampfungskneters (4) geführt wird, ohne zusätzliche Mengenstromverstellung.

65. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 64, dadurch gekennzeichnet, dass ein Füllgrad im Verdampfungsknetter (4) in Abhängigkeit vom Drehmoment des Mischkneters über die Austragsmenge, also die Drehzahl der Austragsvorrichtung oder die Eintragsmenge, also Reduzierung oder Erhöhung der eingetragenen Stoffgemischmenge, geregelt wird.

66. Verfahren nach Anspruch 1 bis 65, dadurch gekennzeichnet, dass eine höhere Drehzahl im Mischknetter, vorzugsweise im Entgasungsknetter, zu einer höheren Oberflächenerneuerung führt, die den Stoffübergang beschleunigt und die mechanisch eingetragene Dissipationsenergie erhöht, weshalb die Massentemperatur steigt und die entsprechend zuzugebende Additivmenge für die Verdampfungskühlung steigt, um das Elastomer nicht zu überhitzen bzw. zu schädigen, wobei gleichzeitig der Partialdruck des Additives im Gasraum erhöht wird, damit der Partialdruck der zu entfernenden Komponenten reduziert wird, wodurch wiederum eine höhere Triebkraft für den Stoffübergang entsteht und der Entgasungseffekt der unerwünschten Bestandteile reduziert wird.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

