



Nederland

⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8203281**

⑲ NL

⑤4 **Inrichting en werkwijze voor het winnen van polymeer uit een oplossing.**

⑤1 Int.Cl³: C08F 6/12, B29F 3/03, B01D 19/00.

⑦1 Aanvrager: Stamicarbon B.V. te Geleen.

⑦4 Gem.: Dr. H.B. van Leeuwen c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen.

②1 Aanvraag Nr. 8203281.

②2 Ingediend 21 augustus 1982.

③2 --

③3 --

③1 --

⑥2 --

④3 Ter inzage gelegd 16 maart 1984.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

STAMICARBON B.V.

Uitvinders: Nicolaas P. NAGTZAAM te Sittard

Cornelis BRONKE te Geleen

Albert J.H. BRASZ te Born

1

PN 3404

INRICHTING EN WERKWIJZE VOOR HET WINNEN VAN POLYMEER UIT EEN OPLOSSING

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een inrichting voor het winnen van polymeer uit een vluchtige componenten bevattende smelt c.q. een oplossing die bestaat uit een verdampingsruimte met toevoer voor polymeeroplossing, afvoer voor vluchtige componenten
5 zoals oplosmiddel en monomeer(eren) en afvoer voor polymeersmelt of geconcentreerde oplossing naar een extrusieinrichting met ontgassingsgedeelte(n). De uitvinding heeft tevens betrekking op een werkwijze voor het winnen van polymeer uit een vluchtige componenten bevattende smelt c.q. een oplossing, welke smelt of oplossing ook
10 onomgezet(te) monomeer(eren) bevat of kan bevatten, door de smelt of oplossing in een verdampingsruimte te voeren, waarin het oplosmiddel en monomeer(eren) grotendeels uit de oplossing verdampen en daaruit afgevoerd worden, en de smelt, respectievelijk de geconcentreerde oplossing uit de verdampingsinrichting in een extrusieinrichting met
15 ontgassingsgedeelte(n) te voeren, verder te ontgassen en op op zichzelf bekende wijze tot granulaat te verwerken.

De bereiding van polymeren, in het bijzonder van polyolefinen kan men buiten aanwezigheid van een oplosmiddel als z.g. gasfase polymerisatie, en in aanwezigheid van een oplosmiddel als suspensiepolymerisatie of als solutiepolymerisatie uitvoeren. De polymerisatie van etheen kan men ook onder hoge drukken buiten aanwezigheid van oplosmiddelen met radicaalvormers als katalysator uitvoeren. Bij suspensie- of solutiepolymerisatie en bij hoge druk etheen polymerisatie wordt het polymeer gewonnen door afscheiding van oplosmiddel en/of
20 monomeer(eren).
25

Volgens een bekende werkwijze (zie SRI report 19 B blz. 147) worden volgens een solutiepolymerisatie bereide etheen (co)polymeren gewonnen door de oplossing van het (co)polymeer in een aantal achter elkaar geschakelde verdampingsruimten (flashvaten) te voeren, waarin

8203281

oplosmiddel alsmede onomgezet(te) monomeer(eren) grotendeels door verdamping van het polymeer worden gescheiden. Uit de laatste verdampingsruimte wordt de polymeersmelt c.q. geconcentreerde oplossing in een extrusieinrichting gevoerd en daarmee tot granulaat verwerkt.

5 Deze en andere bekende werkwijzen tot het winnen van een polymeer, in het bijzonder van een etheen(co)polymeer bezitten een aantal nadelen. Allereerst zijn ze vrij omslachtig en is vereenvoudiging gewenst. Minder bewerkingstrappen maken de opwerking eenvoudiger, doelmatiger en goedkoper. Ook de investeringskosten in

10 apparatuur worden dan lager. Daarnaast is ook de toepasbaarheid van de bovengenoemde en andere bekende werkwijzen betrekkelijk beperkt. De viscositeit van de smelt c.q. geconcentreerde oplossing neemt toe met het molekuulgewicht en naarmate het molekuulgewicht groter, resp. de smeltindex (ASTM D-1238) kleiner is, zal de uitstroming uit de verdampingsruimte, waaruit een smelt c.q. geconcentreerde oplossing naar een

15 extrusie inrichting met granulator stroomt, slechter verlopen. Om uiteindelijk granulaat met voldoende lage gehalten aan vluchtige componenten te krijgen is het vaak nodig om in het laatste verdampingsvat verlaagde druk te handhaven om vluchtige componenten voldoende af te

20 dampen. Drukken van enkele tientallen mm kwik tot ongeveer 10 mm kwik of zelfs nog lager zijn voorgesteld. Een ver doorgevoerde afdamping brengt een sterkere temperatuurverlaging van de smelt met zich mee dan een minder vergaande verdamping (verdampingswarmte vluchtige componenten), waardoor de viscositeit van de smelt c.q. geconcentreerde

25 oplossing toeneemt en naarmate het molecuulgewicht groter is treden dan eerder uitstromingsmoeilijkheden op. Om de verdamping van vluchtige componenten en dientengevolge de temperatuurverlaging te beperken houdt men het laatste verdampingsvat wel onder druk. Ook dan gaat de uitstroming met toenemend molecuulgewicht slechter en uiteindelijk

30 onaanvaardbaar langzaam verlopen. Om nu toch meer vluchtige componenten af te kunnen voeren wordt in de Europese octrooi-aanvraag 27700 voorgesteld om voor de verdampingsruimte (flashvat) een inert stripgas toe te voeren. Door toevoering van dat stripgas wordt het oppervlak voor de verdamping vergroot, waardoor meer vluchtige componenten kunnen

35 ontwijken. In dergelijke viskeuze systemen verdampen vluchtige componenten nl. moeilijk uit de viskeuze vloeistof, ook al zijn tem-

peratuur en druk zodanig dat in een niet-viskeuze oplossing zeer snelle verdamping zou plaatsvinden. Daarom is het creëren van een groot oppervlak hierbij van belang. Uit deze aanvraag is ook bekend dat een hogere voorverhitting van de polymeeroplossing tot thermische
 5 afbraak en gelvorming leidt, zodat ook daarin geen oplossing voor de bestaande problemen kan worden gevonden. Deze werkwijze biedt daarom geen oplossing voor de opwerking van hoogmoleculair polyetheen.

Uit economische en milieuhygiënische overwegingen worden de eisen ten aanzien van in granulaat van etheen(co)polymeren toelaat-
 10 bare hoeveelheden vluchtige componenten steeds scherper gesteld. De verwijdering van vluchtige componenten verloopt niet altijd even gemakkelijk. Wanneer men etheen homopolymeriseert, dan moet alleen oplosmiddel en etheen worden uitgedreven. Het vluchtige etheen kan gemakkelijk in de verdampingsruimte (flashvat) en eventueel in
 15 ontgassingsgedeelten van een extrusieinrichting worden verwijderd. Naarmate het oplosmiddel vluchtiger is kan ook dat gemakkelijker worden verwijderd. Als men copolymeren wil bereiden, en de laatste jaren is de belangstelling voor etheen(co)polymeren, met name voor het zogenaamde lineaire lagedichtheid polyetheen (LLDPE) sterk toegenomen,
 20 dan zal naarmate het molecuulgewicht van het comonomer hoger en derhalve de vluchtigheid geringer is en naarmate de gebruikte hoeveelheid comonomer groter is, dat comonomer moeilijker uit het polymeer kunnen worden verwijderd. Men krijgt dan of copolymeergranulaat met een te hoog gehalte aan vluchtige componenten, of men moet
 25 omslachtige zuiveringsbewerkingen toepassen. Vooral bij het genoemde LLDPE, waarbij een voorkeur bestaat voor hogere comonomeren, zoals hexeen of octeen, of eventueel nog hogere olefinen, en deze vergeleken met eerdere copolymeren in grotere hoeveelheden worden gebruikt, zal men hiermee rekening moeten houden.

30 Er bestaat nu een duidelijke behoefte aan een universele opwerkwijze waarmee zowel oplossingen van polymeren, in het bijzonder van polyetheen met betrekkelijk lage molecuulgewichten in vluchtige oplosmiddelen als oplossingen van etheenpolymeren met hoge molecuulgewichten bijvoorbeeld meltindices kleiner dan 1 in minder
 35 vluchtige oplosmiddelen, alsmede copolymeren met betrekkelijk grote hoeveelheden hogere comonomeren zoals hexeen, octeen of hoger, waarvan

het molecuulgewicht eveneens hoog kan zijn, kunnen worden opgewerkt tot granulaat met lage gehalten aan vluchtige componenten. In het algemeen dient het gehalte aan vluchtige componenten minder dan 1000 ppm, bijvoorkeur minder dan 250 ppm en meer in het bijzonder
 5 minder dan 50 ppm te zijn.

Gevonden werd nu dat men zeer weinig vluchtige componenten bevattende polymeren, in het bijzonder etheen(co)polymeren uit een oplossing die ook monomeer(eren) kan bevatten, kan winnen door de oplossing in een verdampingsvat te voeren, waarin de vluchtige com-
 10 ponenten grotendeels uit de oplossing verdampen en afgevoerd worden, en de gevormde smelt c.q. geconcentreerde oplossing uit die verdampingsinrichting in een extrusieinrichting te voeren, en op op zichzelfbekende wijze tot granulaat te verwerken, door - en dit vormt het kenmerk van de uitvinding - de geconcentreerde oplossing c.q. smelt
 15 uit de verdampingsruimte met een doseerorgaan, waarover een drukverschil kan worden gehandhaafd, onder atmosferische of verminderde druk in een ontgassingsextrusieinrichting te voeren, en daarbij de dosering van polymeer en de draaisnelheid van de extrusie-inrichting zodanig op elkaar af te stellen dat de schroef(schroeven) van de
 20 extrusieinrichting in het invoergedeelte onvolledig gevuld wordt(worden).

De extrusie inrichting, waarin de polymeersmelt c.q. geconcentreerde oplossing wordt gevoerd, heeft bij voorkeur een achterwaartse ontgassing.

25 In het algemeen zal in de invoer van de extrusieinrichting atmosferische of een naaste bij atmosferische druk worden gehandhaafd, vooral wanneer men achterwaartse ontgassing toepast. Geringe afwijkingen van de atmosferische druk tot bijvoorbeeld 0,1 atm. zijn mogelijk en zijn mede hieronder begrepen. Men kan ook onder duidelijk
 30 verminderde druk invoeren, maar dat vraagt bij achterwaartse ontgassing afdichtingsvoorzieningen, waartegenover in het algemeen onvoldoende voordelen staan, en daarom geeft men de voorkeur aan atmosferische of ten naaste bij atmosferische druk. Op deze wijze wordt een drukverschil tussen verdampingsruimte en invoer in de extrusieinrichting gebruikt als drijvende kracht om de geconcentreerde
 35 oplossing of smelt via het doseerorgaan in de extrusieinrichting te voeren.

De uitvinding heeft eveneens betrekking op een inrichting voor het winnen van polymeer uit een vluchtige componenten bevattende smelt c.q. oplossing, welke inrichting bestaat uit een verdampingsruimte met toevoer voor polymeersmelt c.q. oplossing, afvoer voor vluchtige componenten en afvoer voor polymeersmelt of geconcentreerde polymeeroplossing naar een extrusieinrichting, met in de afvoer van verdampingsruimte naar extrusieinrichting een doseerorgaan, dat tevens als drukverlagend orgaan kan fungeren, en waarbij de extrusieinrichting is voorzien van één of meer ontgassingsgedeelten.

De inrichting volgens de uitvinding is kompakt en doelmatig en maakt een efficiënte winning van polymeer mogelijk. Bovendien is de inrichting volgens de uitvinding universeel bruikbaar en kunnen daarmee polymeren met uiteen lopende smeltviscositeiten worden gewonnen uit smelten c.q. oplossingen met uiteenlopende gehalten vluchtige componenten met uiteenlopende vluchtigheden.

De inrichting en de werkwijze volgens de onderhavige uitvinding zijn bijzonder geschikt voor de winning van polymeren, in het bijzonder etheen(co)polymeren met een hoog molecuulgewicht, bijvoorbeeld etheen(co)polymeren met een smeltindex (ASTM D-1238 cond. E) kleiner dan 2, meer in het bijzonder kleiner dan 1 en zijn zelfs geschikt voor de winning van etheen (co)polymeren met een smeltindex van enkele tienden en tot enige honderdsten of zelfs nog kleiner.

De smelt van dergelijke hoogmoleculaire etheen(co)polymeren is zo viskeus, dat, zonder doseerorgaan waar een drukverschil wordt gehandhaafd, geen of onvoldoende uitstroming plaatsvindt. Door een drukverschil tussen de verdampingsruimte en de invoer van de extrusieinrichting te handhaven wordt een goede uitstroming van de polymeersmelt c.q. geconcentreerde polymeeroplossing bewerkstelligd. De gemiddelde vakman kan experimenteel gemakkelijk de drukval vaststellen die nodig is om een goede uitstroming van de polymeersmelt te verzekeren. Die drukval wordt in hoofdzaak bepaald door de viscositeit van de polymeersmelt c.q. geconcentreerde oplossing, en die viscositeit hangt weer af van molecuulgewicht, temperatuur en in mindere mate van het gehalte aan vluchtige componenten. Voor het overige is de druk niet kritisch, al zal men die zo laag mogelijk willen houden om zoveel mogelijk vluchtige componenten te kunnen afdampen. Men zal daarom de

druk in het algemeen voldoende hoog kiezen om een goede uitstroming van de polymeersmelt te verzekeren, maar niet of slechts weinig hoger. Hogere drukken leiden namelijk tot geringere verdamping van de vluchtige componenten, waardoor dan meer in de extrusieinrichting moet worden verdampt. Men streeft er in het algemeen juist naar om zo min mogelijk vluchtige componenten in de extrusieinrichting te moeten verdampen. Behalve het handhaven van een drukval bij de verwerking van hoogmoleculair materiaal heeft het doseerorgaan ten doel een gedoseerde toevoer van de polymeersmelt c.q. geconcentreerde polymermeeroplossing aan de extrusieinrichting te bewerkstelligen.

De hoeveelheid polymeersmelt die in de extrusieinrichting wordt gevoerd is dan onafhankelijk van de draaisnelheid van de extrusieschroef(schroeven). Die snelheid en uiteraard de dimensionering van de extrusieinrichting dienen zo te worden gekozen dat de toe te voeren hoeveelheid polymeersmelt gemakkelijk kan worden verwerkt. De onvolledige vulling van de extrusieschroef(schroeven) is nodig om een goede verwijdering van vluchtige componenten uit de polymeersmelt te bewerkstelligen. In het bijzonder een achterwaartse ontgassing functionneert onbevredigend wanneer de extrusieschroef(schroeven) geheel gevuld is(zijn). Men kan nu de mate van vulling regelen door de draaisnelheid van de extrusieinrichting. Daarmee kan men het uiteindelijke gehalte aan vluchtige componenten aanpassen aan de daaraan te stellen eisen. Naarmate de extrusieinrichting sneller draait, zijn de schroeven minder gevuld, en vindt er meer afschuiving in en kneding van de polymeersmelt plaats, waardoor de ontgassing vollediger wordt. In het algemeen is de vulling van de extrusieschroef(ven) ten hoogste 65 % van het beschikbare volume, bijvoorkeur niet meer dan 50 % en meer in het bijzonder niet meer dan 35 %. Een vulling van omstreeks 30 % is bijzonder geschikt. Geringere vullingen zijn wel mogelijk, maar leveren geen voordeel op. Zo zal men in het algemeen niet onder een vulling van ongeveer 25 % gaan.

Als doseerorgaan, waarover een drukverschil kan staan kan men bijvoorbeeld een regelbare afsluiter of elk ander bekend en geschikt orgaan gebruiken.

Extrusieinrichtingen zijn sinds lang in velerlei uitvoeringen bekend. Ook ontgassingsextrusieinrichtingen al dan niet met achter-

waartse ontgassing zijn bekend. In de onderhavige inrichting kan men zowel een eenschroefs- als een tweeschroefextrusieinrichting opnemen. Bij voorkeur past men een tweeschroefextrusieinrichting toe.

- 5 Tweeschroefextrusieinrichtingen met gelijksdraaiende schroeven zijn zelfreinigend en de verblijftijdspreiding is veel kleiner dan in eenschroefextrusieinrichtingen, waardoor een homogeen granulaat wordt verkregen. Door de smalle verblijftijdverdeling is het percentage materiaal met lange verblijftijden zeer gering en daardoor is het optreden van gels en thermische afbraak te verwaarlozen. Bij voorkeur
- 10 heeft de tweeschroefextrusieinrichting gelijksdraaiende schroeven.

- De onderhavige werkwijze en de onderhavige inrichting zijn bruikbaar voor de winning van uiteenlopende polymeren maar in het bijzonder geschikt voor de winning van polyolefinen, met name polyetheen of copolymeren van etheen, al is de uitvinding daartoe niet beperkt en
- 15 kunnen ook andere olefinepolymeren, bijvoorbeeld elastomere olefinecopolymeren worden gewonnen. De onderhavige werkwijze en inrichting zijn bijzonder geschikt voor de winning van etheencopolymeren die betrekkelijk grote hoeveelheden hogere comonomeren bevatten. Het hiervoor reeds genoemde LLDPE is bij voorkeur een copolymeer van etheen met
- 20 olefinen met tenminste 4 koolstofatomen bijvoorbeeld met buteen, hexeen, 4-methylpenteen-1, octeen, decen, dodecen enz. De dichtheid van dergelijk LLDPE bedraagt minder dan 0,935, en daartoe is het nodig betrekkelijk grote hoeveelheden van het comonomeer in te polymeriseren, althans aanmerkelijk meer dan bij de tot nu toe gebruikelijke
- 25 copolymeertypen met dichtheden van tenminste 0,940, die in het algemene slechts betrekkelijk kleine hoeveelheden propen of buteen bevatten.

- Bij de solutiepolymerisatie van etheen, al dan niet met één of meer α -olefinen met ten minste 3 koolstofatomen krijgt men meestal
- 30 oplossingen die 15-20 gew.-% polymeer bevatten. Lagere concentraties zijn uiteraard zonder bezwaar mogelijk, maar daarvoor zijn grotere hoeveelheden oplosmiddel en grotere reactoren nodig, hetgeen oneconomisch is. Bij hogere concentraties neemt de viscositeit van de oplossing toe en kan gemakkelijk zo hoog worden dat de inhoud van de
- 35 reactor moeilijk geroerd kan worden en bovendien het roeren veel energie gaat vragen. De viscositeit hangt uiteraard niet alleen van de concentratie, maar ook van de reaktortemperatuur en het mole-

cuulgewicht van het polymeer af. De concentratie is daarom geen kritische factor. De meest gunstige concentratie wordt aan de hand van de omstandigheden vastgesteld.

Een bij een dergelijke polymerisatie verkregen oplossing kan
5 men rechtstreeks in de verdampingsruimte van de inrichting volgens de uitvinding voeren, maar men kan de oplossing eerst in een afzonderlijke voorgeschakelde verdampingsruimte concentreren, en dan in de verdampingsruimte van de inrichting volgens de uitvinding voeren.

In de toevoer naar de verdampingsruimte bevindt zich een
10 afsluiter, voor handhaving van de druk in de polymerisatiereaktor. Ook bij toepassing van een voorverdampingsruimte zullen afsluiters en/of drukregelorganen in de leidingen aanwezig zijn. Elke deskundige kan zonder meer de nodige voorzieningen voor de drukregelingen treffen en daarop wordt hier niet verder ingegaan. Veelal is het gewenst de
15 polymeeroplossing voor de invoer in de verdampingsruimte te verhitten. Voor de opwerkinrichting volgens de uitvinding wordt dan een verhitter geplaatst. Het zal de deskundige zonder meer duidelijk zijn dat voor een goed functioneren van de inrichting volgens de uitvinding de polymeeroplossing op een bepaalde minimale temperatuur moet worden
20 gebracht voor zij in de verdampingsruimte wordt gevoerd. De hoogte van die temperatuur hangt af van een aantal factoren, o.a. soort oplosmiddel, hoeveelheid en aard resterende comonomeren, concentratie polymeer e.d., en er kunnen zodoende geen bepaalde waarden voor worden opgegeven, maar elke deskundige zal aan de hand van de vigerende omstan-
25 digheden zonder enige moeite een bruikbaar temperatuurgebied kunnen vaststellen. Men dient uiteraard de temperatuur niet zo hoog te kiezen dat polymeerdegradatie en/of gelvorming gaat optreden.

De hoeveelheden oplosmiddel en monomeer(eren) die in de verdampingsruimte afgedampt worden kunnen binnen wijde grenzen uiteenlo-
30 pen. Naarmate in de verdampingsruimte meer wordt afgedampt zal men in de extrusieinrichting minder hoeven te verdampen en omgekeerd. Het zal ook begrijpelijk zijn dat polymeersmelt en geconcentreerde polymeeroplossing begrippen zijn die elkaar overlappen. De polymeermassa die opgewerkt moet worden is een mengsel van polymeer, oplosmiddel en
35 monomeer(eren). Naarmate oplosmiddel en monomeer(eren) daaruit afgedampt worden zal de massa meer als smelt dan als oplossing beschouwd worden, maar een wezenlijk verschil is er niet.

De in de verdampingsruimte te verdampen hoeveelheden oplosmiddel en monomeer(eren) worden bepaald door factoren als temperatuur en druk. Naarmate de temperatuur hoger en de druk lager is zullen meer vluchtige componenten (oplosmiddel en monomeer(eren))

5 verdampen. De druk in de verdampingsruimte dient ten minste zo groot te zijn dat de uitstroming van de polymeersmelt naar de extrusieinrichting bij de optredende viscositeit gewaarborgd blijft. Een druk van tenminste 1,5 bar (0,5 bar overdruk) is meestal gewenst. Bij de verwerking van polyetheen met een smeltindex van 2 of minder zal de

10 druk meer, veelal ongeveer 4-6 bar kunnen bedragen. Voor zeer hoog moleculaire polymeren waarvan de smelt c.q. geconcentreerde oplossing zeer viskeus is kunnen nog hogere drukken worden toegepast. Men dient er daarbij voor te zorgen dat voldoende hoeveelheden vluchtige componenten verdampen, zodat niet teveel in de extrusieinrichting moet

15 worden afgedampt.

Wanneer men nu etheen met ondergeschikte hoeveelheden van één of meer α -olefinen met 3-15 koolstofatomen in aanwezigheid van een op zichzelf bekende katalysator, in een koolwaterstofoplosmiddel, bijv. hexaan, heptaan of lichte benzine met een kooktraject van 60-80 °C bij

20 een temperatuur van 175-230 °C in een reaktor 1 (zie fig.) tot een etheenpolymeer met een meltindex (ASTM D-1238) van 0,1-50 en met een dichtheid van 0,935 of lager polymeriseert, waarbij dat etheenpolymeer in een ongeveer 20 gew.-%-ige oplossing wordt verkregen, dan kan men die etheenpolymeeroplossing direct in een verdampingsruimte voeren en

25 een deel van de vluchtige componenten afdampen tot een polymeerconcentratie van bijvoorbeeld 35-45 gew.-%. Hierna moet de oplossing verhit worden tot temperaturen van 230°-290 °C, bij voorbeeld 260 °C waarna zij in een opwerkinrichting volgens de uitvinding wordt gevoerd. Men kan de polymeersolutie ook rechtstreeks uit de reactie

30 (1) door leiding (2) door de produktverhitter (3), de afsluiter (4) in het verdampingsvat (5) volgens de uitvinding voeren.

Daarin dampt zoveel van de vluchtige componenten af dat de concentratie toeneemt tot 80-99 gew.-% polymeer. De vluchtige componenten voert men door afvoer (7) af. Over een doseerorgaan (6) kan men nu de

35 gesmolten polymeermassa in een extrusieinrichting (8) met achterwaartse ontgassing (9) voeren. Door de ontspanning tot ongeveer atmosferische druk ontwijkt een groot gedeelte van de vluchtige

componenten. Die worden afgevoerd door de achterwaartse ontgassing. De polymersmelt wordt verder door de extrusieinrichting afgevoerd, waarbij nog één (10) of meer (11) ontgassingsorganen kunnen zijn aangebracht, zodat het mogelijk is een polymersmelt te verkrijgen

5 waarin het gehalte aan vluchtige componenten minder dan 500 dpm zelfs minder dan 50 dpm kan bedragen. In deze ontgassingssekties wordt noodzakelijkerwijze een onvolledige gangvulling gehandhaafd. Om de effectiviteit van het ontgassen te kunnen beïnvloeden is het gebruikelijk de temperatuur van de smelt, de hoeveelheid afschuiving, de verblijftijd in de ontgassingssektie en de gangvulling te kunnen variëren. De

10 verblijftijd, de hoeveelheid afschuiving en de gangvulling kan men bij een gegeven debiet slechts beïnvloeden door de geometrie van de extrusieinrichting en het toerental van de extrusieschroef(schroeven). Heeft men eenmaal de extrusieinrichting en de schroef(schroeven) gekozen dan rest nog slechts het toerental als regelbaarheid. Dat

15 maakt een regeling van het toerental nodig die de opbrengst niet beïnvloedt, en die wordt verkregen met behulp van het doseerorgaan (6).

De extrusieinrichting voert de polymersmelt in een granuleerinrichting waarin de smelt tot granulaat wordt verwerkt.

20

In de inrichting volgens de uitvinding kunnen op zich zelf bekende voorzieningen worden opgenomen. Zo is het bekend om het gehalte aan vluchtige componenten in polymeren te verlagen door bij de extrusie een drijfgas of schuimmiddel toe te voeren. Dat kan ook bij

25 de onderhavige werkwijze worden gedaan en de te gebruiken extrusieinrichting kan de daartoe nodige voorzieningen bezitten. In de ontgassingssekties werkt men meestal onder verlaagde druk. Voor het granuleren is nu een drukopbouw nodig. Die drukopbouw kan men bewerkstelligen met een extrusieschroefsektie, maar bijv. ook met een

30 na de laatste ontgassingssektie geplaatste tandradpomp. Dit is slechts bij wijze van voorbeeld, want er zijn een aantal andere geschikte mogelijkheden om de gewenste drukopbouw te verkrijgen.

Het zal duidelijk zijn dat binnen het kader van de uitvinding uiteenlopende uitvoeringsvormen van de beschreven inrichting en werkwijze mogelijk zijn.

35

De uitvinding wordt toegelicht aan de hand van het volgende

voorbeeld, zonder daardoor te worden beperkt.

Voorbeeld

In een polymerisatiereaktor (1) (zie fig.) werd in n-hexaan als oplosmiddel bij 195 °C een copolymeer van etheen en octeen-1 met
5 een dichtheid van 0,925 en een smeltindex 1 bereid. Uit de reactor werd naar produktverhitter (3) een mengsel van 21,7 gew.% etheen (co)polymeer, 67,8 gew.% n-hexaan 8,7 gew.% n-octeen en 1,8 gew.% etheen en waterstof gevoerd, waar dit van 195° tot 267 °C werd verhit. De verhitte oplossing werd in de verdampingsruimte 5 gevoerd, waar een
10 druk van 6 bar werd gehandhaafd. Uit de verdampingsruimte 5 werd door 6 een polymeersmelt met een temperatuur van 220 °C, die nog 10 gew.% vluchtige componenten bevatte, in een extrusieinrichting met een achterwaartse ontgassing en twee voorwaartse ontgassingen gevoerd. Uit de extrusie inrichting werd granulaat verkregen met 170 dpm n-hexaan
15 en 250 dpm n-octeen.

CONCLUSIES

1. Inrichting voor het winnen van polymeer uit een vluchtige componenten bevattende smelt c.q. oplossing bestaande uit een verdampingsruimte met toevoer voor polymeersmelt c.q. oplossing, afvoer voor vluchtige componenten en afvoer voor polymeersmelt of geconcentreerde polymeeroplossing naar een extrusieinrichting, gekenmerkt doordat zich in de afvoer van de verdampingsruimte naar extrusieinrichting een doseerorgaan bevindt, dat tevens als drukverlagendorgaan kan fungeren, en doordat de extrusieinrichting voorzien is van één of meer ontgassingsgedeelten.
2. Inrichting volgens conclusie 1 gekenmerkt door een extrusieinrichting met achterwaartse ontgassing.
3. Inrichting volgens conclusie 2, gekenmerkt door ten minste één voorwaartse ontgassing.
4. Inrichting volgens conclusies 1-3 gekenmerkt door een tweeschroefsextrusieinrichting.
5. Inrichting volgens conclusies 4 gekenmerkt door een tweeschroefsextrusieinrichting met gelijkdraaiende schroeven.
6. Werkwijze voor het winnen van polymeer uit een oplossing die behalve oplosmiddel ook onomgezet(te) monomeer(eren) kan bevatten, door de oplossing in een verdampingsvat te voeren, waarin de vluchtige componenten grotendeels verdampen en afgevoerd worden, en de gevormde smelt c.q. geconcentreerde oplossing uit die verdampingsinrichting in een extrusieinrichting te voeren, en op op zichzelf bekende wijze tot granulaat te verwerken, met het kenmerk, dat men de geconcentreerde oplossing c.q. smelt uit de verdampingsruimte met een doseerorgaan, waarover een drukverschil kan worden gehandhaafd onder atmosferische of verminderde druk in een ontgassingsextrusieinrichting voert en daarbij de dosering van polymeer en de draaisnelheid van de extrusieinrichting zodanig op elkaar afstelt dat de schroef(schroeven) van de extrusieinrichting onvolledig gevuld wordt(worden).
7. Werkwijze volgens conclusie 6, met het kenmerk, dat men in de extrusieinrichting achterwaarts ontgast.

8. Werkwijze volgens conclusie 7 met het kenmerk, dat men in de extrusieinrichting ten minste één voorwaartse ontgassing toepast.
9. Werkwijze volgens conclusies 6-8, met het kenmerk, dat men in de invoer van de extrusieinrichting atmosferische of ten naaste bij atmosferische druk handhaaft.

5

SAMENVATTING

De uitvinding betreft een inrichting en een werkwijze voor het winnen van polymeer uit een vluchtige componenten bevattende smelt c.q. oplossing. De inrichting bestaat uit een verdampingsruimte, die over een doseerorgaan, dat tevens als drukverlagend orgaan kan
5 fungeren, in een ontgassingsextrusieinrichting uitmondt. Het doseer- en drukverlagend orgaan maakt het mogelijk ook hoogviskeuze smelten van hoogmoleculaire polymeren te verwerken en de extrusieschroeven onvolledig te vullen waardoor een vergaande ontgassing in de extrusieinrichting wordt verwezenlijkt.

8203281

