



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 300 021

A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2

Patentgesetz der DDR

vom 27.10.1983

in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 08 F 8/38

C 08 F 6/12

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) DD C 08 F / 331 926 4

(22) 21.08.89

(45) 21.05.92

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, Zöbiger Straße, O - 4400 Bitterfeld, DE

(72) Lehmann, Joachim, Dipl.-Chem.; Ikier, Hendrik, Dipl.-Ing.; Reinholz, Siegfried; Stützer, Alfred; Linge, Manfred, Dipl.-Päd., DE

(73) Chemie AG Bitterfeld-Wolfen, O - 4400 Bitterfeld, DE

(54) Verfahren zur Abtrennung von chlorsulfoniertem Polyethylen aus der Lösung

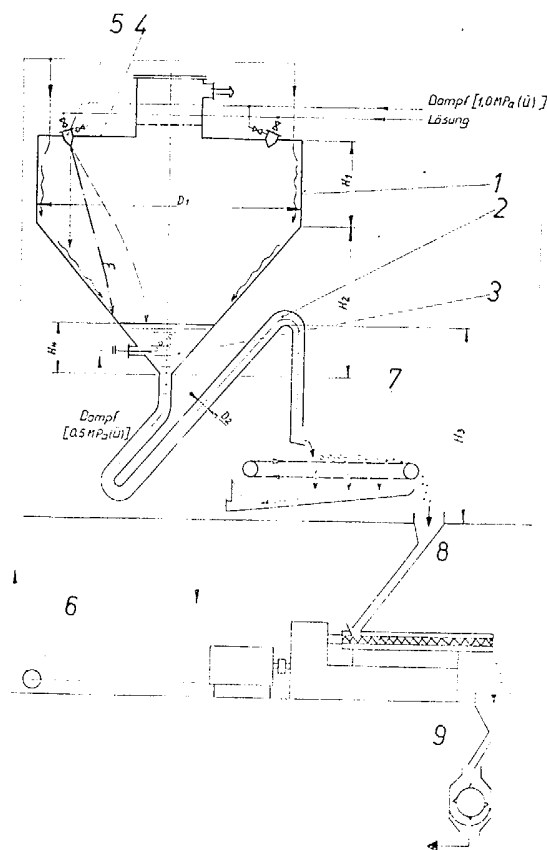
(55) chlorsulfoniertes Polyethylen (CSM); Abtrennung;

Verdüstungsturm; Chlorsulfonierlösung;

Wasserdampfmenge; Restlösungsmittelgehalt;

Tetrachlorkohlenstoff; Trocknung

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von chlorsulfoniertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_s von 12,0 g/10 min bis 18,0 g/10 min des zur Chlorsulfonierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 29 bis 36 Gew.-%, einem Schwefelgehalt von 0,9 bis 1,7 Gew.-% und einem CSM-Gehalt von 5 bis 7 Gew.-% aus der CSM-Lösung. In den Verdüstungsturm, bestehend aus einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe von 1200 bis 1400 mm und einem Durchmesser von 3600 bis 4400 mm und einem sich anschließenden kegelförmigen Abschnitt mit einer Höhe in Achsrichtung von 2200 bis 2800 mm, werden am oberen Teil 1000 bis 2000 kg/h CSM-Lösung mit einer Wasserdampfmenge von 900 bis 1300 kg/h verdüst. Dabei legen die CSM-Teilchen eine freie Fallstrecke von 2000 bis 4000 mm zurück, bevor sie in das eine Pegelhöhe von 600 bis 1100 mm aufweisende Wasserbad im kegelförmigen Abschnitt des Verdüstungsturmes gelangen. Dieses wird durch eine kontinuierlich zugeführte Wasserdampfmenge von 140 bis 210 kg/h auf der erforderlichen Temperatur von 92 bis 98 °C gehalten und dabei gleichzeitig intensiv verwirbelt. Das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaufteil strömende Wasser wird in einer Menge von 50 bis 70 m³/h in den oberen Teil des Verdüstungsturmes zur Bepflügelung gefördert. Durch diese Verfahrensweise ist es möglich, nach der Trocknung chlorsulfoniertes Polyethylen mit einem Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von kleiner als 1,0 Gew.-% zu erhalten. Figur



Patentanspruch:

Verfahren zur Abtrennung von chlorsulfoniertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 12,0 bis 18,0 g/10 min des zur Chlorsulfonierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 29 bis 36 Gew.-%, einem Schwefelgehalt von 0,9 bis 1,7 Gew.-% und einem CSM-Gehalt von 5 bis 7 Gew.-% aus der Lösung, wobei die stabilisierte Lösung in einem Verdüsungsturm mit siphonartig ausgebildetem Auslaufteil mit Wasserdampf verdüst wird und die CSM-Teilchen in ein auf eine Temperatur von 92 bis 98°C erwärmtes Wasserbad gelangen, aus dem siphonartigen Auslaufteil als wasserfeuchtes lösungsmittelhaltiges CSM ausgetragen werden und in einem Doppelschneckenextruder durch mechanische und thermische Behandlung getrocknet werden, und das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaufteil strömende Wasser in den Verdüsungsturm zurückgepumpt wird und am oberen Teil des Verdüsungsturmes die sich bildenden Dämpfe abgezogen werden, **gekennzeichnet dadurch**, daß in den Verdüsungsturm (1), bestehend aus einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe (H_1) von 1200 bis 1400 mm und einem Durchmesser (D_1) von 3600 bis 4400 mm und einem sich anschließenden kegelförmigen Abschnitt mit einer Höhe (H_2) in Achsrichtung von 2200 bis 2800 mm am oberen Teil 1000 bis 2000 kg/h CSM-Lösung mit einer Wasserdampfmenge von 900 bis 1300 kg/h verdüst werden und dabei die CSM-Teilchen eine freie Fallstrecke (F) von 2000 bis 4000 mm zurücklegen, bevor sie in das eine Pegelhöhe (H_4) von 600 bis 1100 mm aufweisende Wasserbad (3) im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes gelangen, das durch eine kontinuierlich zugeführte Wasserdampfmenge von 140 bis 210 kg/h auf der erforderlichen Temperatur von 92 bis 98°C gehalten und dabei gleichzeitig intensiv verwirbelt wird, und das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaufteil (2) strömende Wasser in einer Menge von 50 bis 70 m³/h in den oberen Teil des Verdüsungsturmes zur Bespülung der Innenwand gefördert wird.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von chlorsulfoniertem Polyethylen (CSM) hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 12,0 g/10 min bis 18,0 g/10 min des zur Chlorsulfonierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 29 bis 36 Gew.-% einem Schwefelgehalt von 0,9 bis 1,7 Gew.-% und einem CSM-Gehalt von 5 bis 7 Gew.-% aus der Lösung. Es ist bereits seit langem bekannt (DD-PS 54810), chlorsulfoniertes Polyethylen aus der Lösung abzutrennen, indem die Lösung über eine Zweistoffdüse in einem Turm versprüht wird, wobei die Turmwände innen mit 85°C heißem Wasser bespült werden und das Wasser zusammen mit den Produktteilchen über eine Tauchung im unteren Teil des Turmes ausgetragen wird. Der Turm ist über seine gesamte Höhe zylindrisch ausgebildet. Bei diesem Verfahren soll das Lösungsmittel vollständig entfernt werden, was jedoch praktisch unmöglich ist. Die konstruktiv sehr einfache Auslegung des Verdüsungsturmes als Hohlzylinder ohne unteres Wasserbad gewährleistet keine wirksame Abtrennung des Lösungsmittels, da nur ein Teil der mit Dampf verdüsten Produktteilchen mit dem an den Turminnenwänden abwärtsfließenden nur 85°C heißen Wasserstrom in Berührung kommt. Der andere Teil des verdüsten Produktes erreicht gleich den Turmboden und wird, da kein unteres Wasserbad vorhanden, sofort über die Abtauchung mit dem Spülwasser ausgetragen. Die Abführung der Produktteilchen mit dem Spülwasser ohne unteres Wasserbad und nur über eine 200 mm hohe Tauchung ist nicht geeignet, das restliche Lösungsmittel weiter abzdampfen. Nachteilig ist ferner, daß die Spülwassertemperatur von 85°C viel zu niedrig ist, um die gewünschte Ausdampfung des Lösungsmittels zu erreichen.

Hinsichtlich der Abtrennung des Polymeren aus der Lösung bestehen zwischen chlorsulfoniertem und chloriertem Polyethylen keine wesentlichen Unterschiede.

Das Verfahren kann kontinuierlich durchgeführt werden. So z. B. wird bei der Abtrennung von chloriertem Polyethylen aus der Lösung die entgaste Polymerlösung durch eine Düse in ein auf 95 bis 98°C erwärmtes Wasserbad gedrückt. Das Lösungsmittel wird dabei als Wasserazeotrop entfernt. Das wasserfeuchte Polymere wird von einem Walzensystem aufgenommen, mit einer Schneidvorrichtung in dünne Schnitzel geschnitten und einer Trocknungsanlage zugeleitet. (Plaste und Kautschuk 8, 1962, S. 400) Es ist auch bekannt (DE-OS 2400271), als Trocknungsanlage zur Austreibung des Lösungsmittels einen

Doppelschneckenextruder einzusetzen.

Zur Chlorsulfonierung von Polyethylen werden als Lösungsmittel chlorierte Kohlenwasserstoffe, insbesondere Tetrachlorkohlenstoff eingesetzt. Die bisher bekannten Verfahren zur Abtrennung des Polymeren aus der Lösung haben alle den Nachteil, daß nach der Trocknung des Polymeren dieses noch einen relativ hohen Restlösungsmittelgehalt von ca. 4 bis 10 Gew.-% besitzt. Dieser wirkt sich sehr nachteilig auf die weitere Verarbeitung des Polymeren aus, da die Lösungsmitteldämpfe die Korrosion an metallischen Bauteilen begünstigen. Die verwendeten Lösungsmittel sind generell toxisch, und bei der weiteren Verarbeitung können diese freigesetzt werden und zu gesundheitlichen Schädigungen des Bedienungspersonals führen. Das Einsatzgebiet für chlorsulfoniertes Polyethylen liegt vor allem im Bereich der Gummiverarbeitung. Die bei der Verarbeitung, einschließlich Vulkanisation, notwendigen hohen Temperaturen erfordern den Einsatz eines CSM mit einem möglichst niedrigen Restlösungsmittelgehalt.

Auf destillativem Weg oder durch Trocknen lassen sich diese Lösungsmittelrestmengen nicht vollständig entfernen. Bei der Trocknung ist zu beachten, daß das Polymere nicht thermisch geschädigt wird.

Aus der Literatur sind verschiedene Möglichkeiten bekannt, den Restlösungsmittelgehalt des chlorierten bzw. chlorsulfonierten Polyethylens wesentlich zu verringern. So ist es zum Beispiel möglich, zu dem festen chlorierten Polyethylen vor oder nach der

Trocknung ein geeignetes Lösungsmittel, beispielsweise Toluol, Methanol oder Methylketon, zuzugeben und anschließend erneut zu destillieren. Bekannt ist auch die Nachbehandlung des chlorierten Polyethylens mit niederen aliphatischen Alkoholen (EP-A 1 319 60) oder mit Methylchloriddämpfen (DE-OS 2 649 754). Diese Destillationsprozesse sind sehr energieaufwendig und erfordern den Einsatz zusätzlicher Apparaturen.

Ferner ist bekannt, daß der Restlösungsmittelgehalt durch verschiedene Zusätze zur Chlorierlösung verringert werden kann. Als Zusätze sind z. B. Weichmacher und/oder Lackharze (DE-OS 2 399 461) oder andere chlorierte Polymere mit niedrigerer Übergangstemperatur (CH-PS 612 986) geeignet. Gemäß der DE-OS 2 701 283 werden für Polyvinylchloridformmassen geeignete Polymerschmiermittel eingesetzt, von denen besonders ein Äthoxylat eines primären aliphatischen Alkohols mit mindestens 8 Kohlenstoffatomen geeignet sein soll (DE-OS 2 818 647).

Der Nachteil dieser Verfahren besteht darin, daß die Zusätze zu einer Kostensteigerung führen und größtenteils im Polymeren verbleiben. Diese beeinträchtigen die Qualität der herzustellenden Endprodukte und haben für den Verarbeiter eine Beschränkung in der Rezepturgestaltung zur Folge. In der EP-A 1 179 263 und der DD-PS 2 313 62 sind Verfahren beschrieben, bei denen die Abtrennung des Polymeren aus der Lösung unter Anwendung eines Hilfslösungsmittels, z. B. Toluol oder Xylol, durchgeführt wird, das mit dem Lösungsmittel verträglich ist und eine höhere Siedetemperatur als diese aufweist. Durch den vorzunehmenden Lösungsmittelaustausch sind diese Verfahren sehr aufwendig. Der Einsatz eines Hilfslösungsmittels verursacht zusätzliche Kosten.

Ziel der Erfindung ist es, den technisch-ökonomischen Herstellungsaufwand zu verringern, die Kosten für Zusatzstoffe einzusparen, den Energieverbrauch zu senken und die Qualität des chlorsulfonierten Polyethylens zu verbessern.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Abtrennung von chlorsulfoniertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_s von 12,0 g/10 min bis 18,0 g/10 min des zur Chlorsulfonierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 29 bis 36 Gew.-%, einem Schwefelgehalt von 0,9 bis 1,7 Gew.-% und einem CSM-Gehalt von 5 bis 7 Gew.-% aus der Lösung zu schaffen, das eine einfache Verfahrensweise ohne nachteilige Auswirkungen auf die Qualität des chlorsulfonierten Polyethylens ermöglicht und bei dem der Restlösungsmittelgehalt des abgetrennten chlorsulfonierten Polyethylens auf einen niedrigen Wert gesenkt werden kann.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß in dem Verdüsungsturm, bestehend aus einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe von 1 200 bis 1 400 mm und einem Durchmesser von 3600 bis 4 400 mm und einem sich anschließenden kegelförmigen Abschnitt mit einer Höhe in Achsrichtung von 2 200 bis 2 800 mm, am oberen Teil 1 000 bis 2 000 kg/h CSM-Lösung mit einer Wasserdampfmenge von 900 bis 1 300 kg/h verdunstet werden. Dabei legen die CSM-Teilchen eine freie Fallstrecke von 2 000 bis 4 000 mm zurück, bevor sie in das eine Pegelhöhe von 600 bis 1 100 mm aufweisende Wasserbad im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes gelangen. Dieses wird durch eine kontinuierlich zugeführte Wasserdampfmenge von 140 bis 210 kg/h auf der erforderlichen Temperatur von 92 bis 98°C gehalten und dabei gleichzeitig intensiv verwirbelt. Das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaßteil strömende Wasser wird in einer Menge von 50 bis 70 m³/h in den oberen Teil des Verdüsungsturmes zur Bepflügelung gefördert. Die ringförmig auf dem Turmdeckel angeordneten Zweistoffdüsen, von denen eine oder mehrere betrieben werden, können in ihrem Anstellwinkel so verändert werden, daß sich jeweils andere Fallstrecken ergeben. Die Länge der freien Fallstrecke ist neben den anderen Einflußgrößen wichtig für die Verdampfung des Lösungsmittels. Die Fallstrecke eines Produktteilchens ist bis ca. 0,5 bis 1,0 m hinter der Düse noch geradlinig und geht dann in eine angenäherte Wurfparabel über, wobei zusätzlich nicht definierbare Strömungszustände im Turminnen von weiterem Einfluß sind, so daß die Fallstrecke nicht exakt bestimmt werden kann. Als Mittelwert für die freie Fallstrecke aller Teilchen wird der Abstand angegeben, der sich mit der kurvenartigen Verlängerung der Düsenmittellinie ergibt, bis diese auf ein Hindernis (Turminnenwand, Wasserbadoberfläche) trifft. Bei kurzer Flugstrecke prallt das Teilchen gleich auf die Innenwand und wird vom Umlaufwasser in das untere Wasserbad gespült. Dabei wird das Lösungsmittel in der Düse, im Verlauf der Fallstrecke, im Spülwasser und letztlich dann im Wasserbad abgetrieben, wobei die Fallstrecke vergleichsweise kurz und die Aufenthaltszeit im Spülwasser bis Erreichen des Wasserbades vergleichsweise länger ist. Während des freien Falls kommen die Produktteilchen mit der Dampfphase im Turminnen in Berührung, wobei die Dampftemperaturen hier zwischen 100 und 200°C liegen. Bei längerer Flugstrecke legen die Teilchen einen vergleichsweise längeren Weg durch die heiße Dampfphase zurück, sind aber in kürzerer Zeit im unteren Wasserbad, das eine Temperatur von 95 bis 98°C hat. In dieses Wasserbad wird Wasserdampf eingeblasen. Der Wasserdampf bewirkt eine wirkungsvolle Temperierung des Wasserbades und darüber hinaus einen turbulenten Strömungszustand, der ein gleichmäßiges Suspendieren der verdunsteten Produktteilchen zur Folge hat. Die Aufenthaltszeit im Wasserbad ist abhängig von der Teilchengröße, von den turbulenten Strömungen im Wasserbad, vom Wasserbadvolumen und von der Wasserumlaufmenge. Je feiner die Teilchen versprüht werden, was z. B. von stofflichen Parametern der Lösung und der Treibdampfmenge abhängt, und je länger die Aufenthaltszeit in der Dampfphase, im Spülwasser und im Wasserbad ist, um so geringere Lösungsmittelrestgehalte können erzielt werden. Wird z. B. die Treibdampfmenge im Verhältnis zur Lösungsmenge zu stark erhöht, werden die Teilchen so beschleunigt, daß sie zu schnell durch die heiße Dampfphase fliegen; der Ausdampfeffekt wird unzureichend. Wird die Treibdampfmenge im Verhältnis zur Lösungsmenge zu gering, so ist die Sprühleistung unzureichend, und die größeren Teilchen haben zu hohe Lösungsmittelanteile.

Wird bei gleichem Volumen des Turms bei einem größeren Durchmesser der Turmzylinder zu flach gestaltet, so wird die Fallstrecke für die Teilchenbildung bei gleichzeitiger Lösungsmittelabdampfung zu kurz. Wählt man bei Beibehaltung des Turmvolumens einen sehr langen Turmzylinder mit zu geringem Durchmesser, können sich die Sprühkegel der Düsen überschneiden, und es kommt zur Agglomeratbildung, wobei das Lösungsmittel nicht ausreichend entfernt wird. Wird der Wasserbadpegel zu stark erhöht, verlängert sich zwar die Aufenthaltszeit der im Wasser schwimmenden Produktteilchen, aber die Fallstrecke für die Teilchen wird verkürzt. Andererseits bewirkt ein zu geringer Pegelstand ein zu geringes Volumen des Wasserbades und damit eine unzureichende Restausdampfungszeit für das Lösungsmittel.

Überraschenderweise ist es durch die erfindungsgemäße Verfahrensweise möglich, chlorsulfoniertes Polyethylen mit einem Restlösungsmittelgehalt nach der Trocknung von kleiner als 1,0 Gew.-% zu erhalten. Dies ist insoweit unerwartet, da keine zusätzlichen Hilfsmittel zur Entfernung des Lösungsmittelanteils eingesetzt werden. Das Verfahren arbeitet zuverlässig und ist technisch-ökonomisch nicht sehr aufwendig, was zu vorteilhaften Verfahrenskosten führt. Im Vergleich zu den bekannten Verfahren zeichnet es sich durch eine energiesparende Arbeitsweise aus. Durch den geringen Restlösungsmittelgehalt besitzt das chlorsulfonierte Polyethylen eine ausgezeichnete Qualität für eine weitere Verarbeitung.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist nur geeignet für Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 12,0 bis 18,0 g/10 min, einem Chlorgehalt des in Lösung chlorsulfonierten Polyethylens von 29 bis 36 Gew.-% und einem Schwefelgehalt von 0,9 bis 1,7 Gew.-%. Der Feststoffgehalt an chlorsulfoniertem Polyethylen in der Lösung soll 5 bis 7 Gew.-% betragen. Die Erfindung soll nachstehend an mehreren Beispielen erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung ist eine Anlage zur Abtrennung von CSM-Teilchen aus der Lösung schematisch dargestellt.

Beispiel 1

Ein Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex $i_5 = 15,5$ g/10 min (Handelsname Sclerfin A65 MA) wird in an sich bekannter Weise nach dem Lösungschlorsulfonierungsverfahren in Tetrachlorkohlenstoff auf einen Chlorgehalt von 32 Gew.-% und einen Schwefelgehalt von 1,2 Gew.-% chlorsulfoniert. Nach der Entsäuerung der Lösung weist diese einen CSM-Gehalt von 6,2 Gew.-% auf. Die Abtrennung des chlorsulfonierten Polyethylens erfolgt in einem Verdüsungsturm 1 folgender Abmessung:

Durchmesser D_1 :	4 000 mm
Höhe des zylindrischen Teiles H_1 :	1 300 mm
Höhe des kegelförmigen Abschnittes H_2 :	2 200 mm.

Der Verdüsungsturm 1 weist einen siphonartigen Auslaufteil 2 mit einer Nennweite D_2 von 200 mm und einer Höhe H_3 von 2900 mm auf. Im Betriebszustand beträgt die Pegelhöhe H_4 des Wasserbades 3750 mm. Nach dem Entsäuern der CSM-Lösung werden dieser 1,0 Gew.-% Magnesiumoxid und 5,0 Gew.-% Epoxidharz, bezogen auf den CSM-Feststoff, zugegeben. Über eine am oberen Turmdeckel 4 angeordnete Zweistoffdüse 5 werden kontinuierlich 1300 kg/h CSM-Lösung mit ca. 1100 kg/h Wasserdampf mit einem Überdruck von 1 MPa und einer Temperatur von 200°C in den Turm gedrückt. Dabei verdampft das Lösungsmittel Tetrachlorkohlenstoff und wird am oberen Teil des Verdüsungsturmes mit dem Wasserdampf abgezogen. Wichtig ist, daß die sich während der Verdampfung des Lösungsmittels bildenden CSM-Teilchen eine bestimmte freie Fallstrecke F zurücklegen, bevor sie in das Wasserbad gelangen. Dadurch wird eine wirksame Abtrennung des Tetrachlorkohlenstoffes erreicht. Bezogen auf die in diesem Beispiel angegebene Dimensionierung des Verdüsungsturmes beträgt diese durchschnittlich ca. 2500 mm. Dem im Verdüsungsturm zirkulierenden Wasser mit einer Temperatur von 95°C werden im Ausgangszustand 0,2 Gew.-% Natriumtetraborat-Dekahydrat und/oder Natriummetasilikat und während der Betriebsweise diese kontinuierlich als 5%ige Lösung zugesetzt, so daß der pH-Wert bei 7 bis 8 gehalten wird. In Verbindung mit den o. a. Zusätzen wird somit eine ausreichende thermische Stabilisierung des chlorsulfonierten Polyethylens in der Lösung während der Aufarbeitung erreicht. Das Kreislaufwasser wird mit einer Pumpe 6 mit einer Förderleistung von 60 m³/h umgewälzt. In das im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 befindliche Wasserbad 3 wird mit einem Überdruck von 0,5 MPa und einer Temperatur von 150°C Wasserdampf in einer Menge von 170 kg/h eingeblasen. Dadurch wird das Wasserbad ständig aufgewirbelt und auf einer Temperatur von ca. 95°C gehalten. Das aus dem Wasserbad 3 über den siphonartigen Auslaufteil 2 ausgeschwemmte chlorsulfonierte Polyethylen ist feinteilig-flockig und neigt nicht zum Zusammenbacken. Es wird mittels eines Siebes 7 aus dem Kreislaufwasserstrom abgetrennt. Das wasserfeuchte CSM besitzt einen Restlösungsmittelgehalt von 2,8 Gew.-% (Bestimmung mittels IR-Spektroskopie durch Herauslösen des Tetrachlorkohlenstoffes mit Hilfe von Schwefelkohlenstoff und Messen der Absorption bei 790 cm⁻¹). Von dem Siebband 7 aus gelangen die CSM-Teilchen in einen kontinuierlich arbeitenden Doppelschneckenextruder 8 der Baugröße E 2.90.12 und werden bei einem Druck bis zu 10 MPa, einer Schneckendrehzahl von 190 U/min und eingestellten Zylindersolltemperaturen von 65 bis 75°C getrocknet. Unter diesen Bedingungen treten im Extruder Masstemperaturen von 120 bis 170°C auf. Das getrocknete chlorsulfonierte Polyethylen wird mit einer Durchsatzleistung von 80 kg/h als strangförmig-stückiges Produkt ausgetragen. Dieses wird anschließend in einer Mühle 9 auf eine Korngröße von < 10 mm gemahlen. An dem erhaltenen Produkt wurde ein Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von 0,7 Gew.-% IR-spektroskopisch ermittelt (wie oben angegeben) und eine thermische Stabilität von > 120 min, gemessen nach der Kongorotmethode bei 120°C.

Beispiel 2

Ein Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex $i_5 = 13,1$ g/10 min (Handelsname Sclerfin A65 MA) wird in an sich bekannter Weise nach dem Lösungschlorsulfonierungsverfahren in Tetrachlorkohlenstoff auf einen Chlorgehalt von 34,5 Gew.-% und einen Schwefelgehalt von 1,6 Gew.-% chlorsulfoniert. Nach der Entsäuerung der Lösung weist diese einen CSM-Gehalt von 6,3 Gew.-% auf. Die Abtrennung des chlorsulfonierten Polyethylens erfolgt in einem Verdüsungsturm 1 folgender Abmessung:

Durchmesser D_1 :	3 600 mm
Höhe des zylindrischen Teiles H_1 :	1 200 mm
Höhe des kegelförmigen Abschnittes H_2 :	2 500 mm.

Der siphonartige Auslaufteil 2 besitzt eine Nennweite D_2 von 200 mm und ist so ausgebildet, daß er eine Höhe H_3 von 2900 mm aufweist. Im Betriebszustand beträgt die Pegelhöhe H_4 des Wasserbades 3 650 mm. Nach dem Entsäuern der Lösung wird das in Lösung befindliche chlorsulfonierte Polyethylen analog wie im Beispiel 1 stabilisiert. Über eine am oberen Turmdeckel 4 angeordnete Zweistoffdüse 5 werden kontinuierlich 1250 kg/h CSM-Lösung mit ca. 1100 kg/h Wasserdampf mit einem Überdruck von 1 MPa und einer Temperatur von 200°C in den Turm gedrückt. Bezogen auf die Dimensionierung des Verdüsungsturmes beträgt die durchschnittliche Fallstrecke F der CSM-Teilchen 2000 mm. Das Kreislaufwasser wird mit einer Pumpe 6 mit einer Förderleistung von 50 m³/h umgewälzt. In das im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 befindliche Wasserbad 3 wird mit einem Überdruck von 0,5 MPa und einer Temperatur von 150°C Wasserdampf in einer Menge von 150 kg/h eingeblasen. Dadurch wird das Wasserbad ständig aufgewirbelt und auf einer Temperatur von ca. 95°C gehalten. Das aus dem Wasserbad 3 über den siphonartigen Auslaufteil 2 ausgeschwemmte chlorsulfonierte Polyethylen ist feinteilig-flockig und neigt nicht zum Zusammenbacken. Es wird mittels eines Siebes 7 aus dem Kreislaufwasserstrom abgetrennt. Das wasserfeuchte chlorsulfonierte Polyethylen besitzt einen Restlösungsmittelgehalt von 3,5 Gew.-% (gemessen wie im Beispiel 1).

Von dem Sieb 7 aus gelangen die CSM-Teilchen direkt in einen kontinuierlich arbeitenden Doppelschneckenextruder 8 der Baugröße E 2.90.12 und werden bei eingestellten Zylindersolltemperaturen von 60 bis 70°C und einer Schneckendrehzahl von

180 U/min getrocknet und mit einer Durchsatzleistung von 85 kg/h als strangförmig-stückiges Produkt ausgetragen. Dieses wird anschließend mit der Mühle 9 auf eine Korngröße von < 10 mm gemahlen.

An dem erhaltenen Produkt wurde ein Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von 0,8 Gew.-% ermittelt (gemessen wie im Beispiel 1) und eine thermische Stabilität von > 120 min, gemessen nach der Kongorotmethode bei 120°C.

Beispiel 3

Ein Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex $i_5 = 17,1$ g/10 min wird in an sich bekannter Weise nach dem Lösungschlorsulfonierungsverfahren in Tetrachlorkohlenstoff auf einen Chlorgehalt von 30,2 Gew.-% und einem Schwefelgehalt von 1,0 Gew.-% chlorsulfoniert. Nach der Entsäuerung der Lösung weist diese einen CSM-Gehalt von 5,6 Gew.-% auf.

Die Abtrennung des chlorsulfonierten Polyethylens erfolgt analog wie im Beispiel 1 in einem Verdüsungsturm 1 folgender Abmessung:

Durchmesser D_1 :	4 200 mm
Höhe des zylindrischen Teiles H_1 :	1 300 mm
Höhe des kegelförmigen Abschnittes H_2 :	2 800 mm.

Während des Betriebszustandes hat das Wasserbad 3 im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 eine Pegelhöhe H_4 von 1000 mm. Nach dem Entsäuern der CSM-Lösung wird das in Lösung befindliche chlorsulfonierte Polyethylen analog wie im Beispiel 1 stabilisiert. Über die Zweistoffdüse 5 werden kontinuierlich 1500 kg/h CSM-Lösung mit ca. 1250 kg/h Wasserdampf mit einem Überdruck von 1 MPa und einer Temperatur von 200°C in den Turm gedrückt. Bezogen auf die Dimensionierung des Verdüsungsturmes beträgt die durchschnittliche Fallstrecke F der CSM-Teilchen 3000 mm.

Das Kreislaufwasser wird mit einer Förderleistung von 70 m³/h umgewälzt. In das im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 befindliche Wasserbad 3 wird mit einem Überdruck von 0,5 MPa und einer Temperatur von 150°C Wasserdampf in einer Menge von 200 kg/h eingeblasen.

Das über den siphonartigen Auslaufteil 2 ausgeschwemmte wasserfeuchte chlorsulfonierte Polyethylen besitzt einen Restlösungsmittelgehalt von 2,3 Gew.-% (gemessen wie im Beispiel 1). Die anschließende Trocknung erfolgt in einem kontinuierlich arbeitenden Doppelschneckenextruder 8 der gleichen Baugröße wie in den Beispielen 1 und 2 bei Zylindersolltemperaturen von 70 bis 80°C und einer Schneckendrehzahl von 200 U/min. Das strangförmig-stückige Produkt wird mit einer Durchsatzleistung von 90 kg/h ausgetragen und anschließend mit der Mühle 9 auf eine Korngröße von < 10 mm gemahlen.

An dem erhaltenen Produkt wurde ein Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von 0,5 Gew.-% ermittelt (gemessen wie im Beispiel 1) und eine thermische Stabilität von > 120 min, gemessen nach der Kongorotmethode bei 120°C.

In Betracht gezogene Druckschriften

DD-WP 548 10 C 08 F – 1/92