



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 248 366 A1

4(51) C 08 F 6/24

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 08 F / 289 344 4	(22)	18.04.86	(44)	05.08.87
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) VEB CLG Leipzig – Grimma, 7010 Leipzig, Brühl 76, DD

(72) Viehweg, Heinz, Dr. sc. techn. Dipl.-Phys.; Malig, Hansjürgen, Dipl.-Ing.; Stock, Joachim, Dipl.-Phys.; Luley, Horst, Dipl.-Ing.; Tippelt, Bernhard, Dipl.-Ing.; Halbig, Karl-Heinz, Dipl.-Ing.; Fillies, Wolfgang, Dipl.-Chem., DD

(54) Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen unter Vermeidung einer möglichen Koagulation. Unter Einsatz von Vakuum kann der eine extrem große effektive Stoffaustauschfläche erzeugende Vertikale Kegelreaktor in mehrstufiger Ausführung zur Anwendung kommen, wenn der in den Produktsumpf eintauchende rotierende Teil des inneren Kegelstumpfes eine obere Umfangsgeschwindigkeit nicht überschreitet. Die extrem dünnen Produktschichten dienen dabei der Randschichtentmonomerisierung der PVC-Teilchen, während die Verweilzeit im Sumpf die Monomerendiffusion im Korn nach außen hin gewährleistet. Bei einer maximalen Rührgeschwindigkeit von kleiner 3 m/s in der Suspension lassen sich Monomergehalte bis zu 100 ppm realisieren, ohne daß dafür Löse- oder Schleppdampf erforderlich wird.

Patentanspruch:

1. Verfahren für die Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen im Vakuum zur Vermeidung des Koagulierens derselben bei Verwendung eines bekannten Reaktors mit einem oder mehreren um eine senkrechte Achse angeordneten, die Suspension ansaugenden und ausbreitenden Rotationselementen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Suspension im Reaktor in einem Temperaturbereich von 50–70°C und bei einem Absolutdruck von 20–80 kPa, mehrmals in einem Kreislauf, Filmbildung — Sprühstrecke — Verweilzeit im Reaktorsumpf geführt wird, wobei die Umfangsgeschwindigkeit des in den Produktsumpf eintauchenden Teiles des Rotationselementes nicht größer als 3 m/s ist.
2. Verfahren für die Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen gemäß Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Umfangsgeschwindigkeit des in den Produktsumpf eintauchenden Teiles des Rotationselementes 2,5–2,8 m/s beträgt.
3. Verfahren für die Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen gemäß Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Temperatur der Reaktorwandung in Sumpfhöhe bei 60°C liegt.
4. Verfahren für die Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Absolutdruck im Reaktor etwa 50 kPa beträgt.
5. Verfahren für die Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mittlere Verweilzeit der Suspensionen im Reaktorsumpf zwischen den Sprühvorgängen mindestens 25 sec beträgt.

Anwendung der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Vermeidung des Koagulierens von Polyvinylchlorid-Suspensionen bei deren Entmonomerisierung unter Vakuum mittels Reaktoren mit rotierenden Elementen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen ist es bereits bekannt, diese im Vakuum mittels kegelförmiger Rotationselemente zu einem dünnen Film auszubreiten und anschließend zu versprühen, um bei geringer Filmdicke eine möglichst große, die Entmonomerisierung begünstigende Oberfläche zu erzielen. So wird in der DD-PS 134772 ein Verfahren zur Entmonomerisierung von Polyamid — 6 — Schmelze im Vakuum offenbart, bei dem die Ausbreitung der Schmelze mittels eines mehrstufigen Kegelreaktors im einmaligen Durchlauf erfolgt. Dieses Verfahren ist nicht geeignet, den für PVC-Suspension erforderlichen geringen Anteil an Monomeren von kleiner als 1000 ppm zu erreichen. Grund dafür ist, daß während der Zeit, in der die Schmelze im ausgebreiteten Zustand dem Einfluß des Vakuums ausgesetzt ist, lediglich die in der Oberfläche der einzelnen Feststoffpartikel der Schmelze enthaltenen Monomere ausgetragen werden.

Zur Verbesserung des Entmonomerisierungseffektes sind in den DD-PS 144416, 223717, DE-OS 2717996 Verfahren genannt, bei denen zusätzlich zur Ausbreitung der Schmelze im Vakuum eine Wasserdampfatmosfera geschaffen wird, die das Herauslösen der monomeren Anteile begünstigt. Der Wasserdampf umschließt dabei die Feststoffpartikel und löst dadurch die monomeren Anteile heraus und führt diese als Schleppdampf aus der Suspension heraus. Nachteile dieser letztgenannten Lösung sind, daß sowohl der Schleppdampf als auch die wäßrige Phase der Suspension gelöste monomere Anteile enthält, und neben dem hohen Energieaufwand für die Dampferzeugung beträchtliche Mengen Monomere enthaltendes Wasser anfällt. Ein weiteres in der DE-OS 2259740 vorgestelltes Verfahren zur Entgasung von Flüssigkeiten ist dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit mittels rotierenden Teller gegen die Wandung des Reaktors versprüht wird, unter Bildung eines Filmes an der Reaktorwandung in den Sumpf desselben fließt und erneut zum Teller hochgepumpt wird. Dieses Verfahren gewährleistet im Prinzip, daß dem Austragen der monomeren Anteile aus den Oberflächen der Feststoffpartikel eine Verweilzeit im Reaktorsumpf folgt, während der im Inneren der Feststoffpartikel verbliebene monomere Anteile an die Oberfläche derselben diffundieren, die nach erneutem Verteilen ausgetragen werden können. Nachteil dieser Lösung ist, daß der entstehende Flüssigkeitsfilm relativ dick ist, und infolge des dadurch behinderten Austragens der monomeren Anteile eine Vielzahl von Umläufen erforderlich wird, um den Anteil an Monomeren so weit zu reduzieren, daß eine unbedenkliche Weiterverarbeitung des PVC erfolgen kann. Sehr nachteilig, besonders auf die möglichen Durchsatzmengen bei kontinuierlichem Betrieb, wirkt es sich aus, daß ein solcher Apparat das Verweilzeitspektrum nur eines einzigen Rührkessels besitzt. Es werden insbesondere unter großtechnischen Bedingungen großvolumige, d. h. sehr material- und arbeitsintensive Reaktoren erforderlich. Ferner wird die Anwendungsbreite dieses Verfahrens bei der Entmonomerisierung von PVC-Suspensionen dadurch eingeschränkt, daß diese beim intensiven Bewegen, beispielsweise durch Rühren oder Pumpen koagulieren und in diesem Zustand infolge der starken Oberflächenverringering ein

Entmonomerisieren unmöglich wird. Dies ist auch der Grund dafür, daß Kegelreaktoren, mit denen extrem dünne Flüssigkeitsfilme erzeugt werden können, die ein Entmonomerisieren wesentlich begünstigen, in den Fällen bisher nicht zum Einsatz gekommen sind, in denen mittels in den Reaktorsumpf eintauchender kegelförmiger Rotationselemente das Reaktionsprodukt aufgenommen, auf dem Kegelmantel verteilt und versprüht wird.

Ziel der Erfindung

Zielstellung ist es, bei der Entmonomerisierung von Polyvinylchlorid-Suspensionen Energie, insbesondere zur Erzeugung von Wasserdampf, einzusparen sowie den Apparate- und den Zeitaufwand zur Erreichung eines geringen Anteiles von Restmonomeren zu reduzieren.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabenstellung richtet sich auf ein Verfahren zur Entmonomerisierung von wäßrigen Polyvinylchlorid-Suspensionen im Vakuum unter Verwendung eines bekannten Kegelreaktors mit in den Produktsumpf eintauchenden Rotationselementen. Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe wie folgt gelöst.

Die PVC-Suspension wird einem zweckmäßig mehrstufigen Kegelreaktor zugeführt, in dem ein Vakuum von 20–80 kPa eingestellt ist. Der Flüssigkeitsspiegel im Sumpf des Reaktors erreicht dabei eine Höhe, daß das innere Kegelelement ständig in diesen soweit eintaucht, daß das unter Berücksichtigung der Drehzahl des Rotationselementes die gefundene Umfangsgeschwindigkeit nicht größer als 3 m/s ist, vorteilhaft in einem Bereich von 2,5–2,8 m/s liegt. Die Temperatur der Suspension liegt dabei vorzugsweise in einem Bereich um 60°C. Der Winkel des Mantels des Rotationselementes zum Flüssigkeitsspiegel beträgt vorteilhaft 20° bis 45°. Die Verweilzeit im Sumpf ist in der Größenordnung von 10 min.

Ausführungsbeispiel

Mit dem nachstehenden Ausführungsbeispiel soll das Verfahren bei der Entmonomerisierung einer PVC-MSK-Suspension mit einem Eingangsmonomerengehalt von 3300 ppm, der unter 800 ppm abzusenken ist, erläutert werden. In einem 5 Stufen aufweisenden Kegelreaktor mit je 2 Kegeln, dessen innerster bei einer Drehzahl der Reaktorwelle von 200 U/min mit einem Durchmesser von 0,26 m in das Produkt eintaucht, ist ein Absolutdruck von 50 kPa eingestellt. Die Temperatur der Suspension bzw. des Reaktormantels in Höhe der Flüssigkeitsspiegel beträgt 60–63°C.

Die Suspension wird in einer Menge von 300 l/h der ersten Stufe zugeführt, dort mittels des in diese eintauchenden Teiles des Rotationselementes aufgenommen, auf diesen als Film verteilt, auf den folgenden Kegelmantel abgeschleudert bzw. abgesprüht und läuft zurück in den Sumpf der obersten Stufe. Nach Überströmen des Wehres tritt die Suspension in die folgende Reaktorstufe ein, wo sich dieser Vorgang wiederholt bis die Suspension in die unterste Reaktorstufe gelangt und nach ca. 12 min mit einem Restgehalt an Monomeren aus dem Reaktor in einer Größenordnung von 600 ppm ausgetragen wird.