

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **201 310 B1**

4(51) ~~B 01 F 5/00~~
C 08 F 6/12

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP B 01 F / 235 134 5	(22)	26.11.81	(45)	09.04.86
				(44)	13.07.83

(71)	Ingenieurhochschule Köthen, 4370 Köthen, DD
(72)	Kalz, Günter, Doz. Dr. rer. nat.; Roth, Hartmut, Prof. Dr. sc. techn. Dipl.-Ing.; Schäfer, Harald; Reinholz, Siegfried; Rulewicz, Gerhard, Dipl.-Chem.; Lehmann, Joachim, Dipl.-Chem.; Lippitz, Andreas, Dipl.-Ing., DD

(54) **Vorrichtung zur Ausfällung von chlorierten Olefin- oder Vinylpolymeren**

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Erfindungsanspruch:

Vorrichtung zur Ausfällung von chlorierten Olefin- oder Vinylpolymeren, bestehend aus senkrechten Fällungsrohren mit Bohrungen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Fällungsrohre, die als Rohrbündel angeordnet sind, aus einer Mischzelle und einer Homogenisierungsstrecke bestehen, wobei die Mischzelle an ihrem oberen Ende eine axial angeordnete Düse und unterhalb der Düse Bohrungen aufweist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Ausfällung von chlorierten Olefin- oder Vinylpolymeren aus ihren Lösungen mit Chlorkohlenwasserstoffen. Die Erfindung kann insbesondere zur kontinuierlichen Fällung von Chlorpolyethylen aus einer Chlorpolyethylentetrachlormethanolösung unter Verwendung von Methanol als Fällungsmittel eingesetzt werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Trennung des Polymeren-Feststoffes vom flüssigen Lösungsmittel oder Reaktionsmedium innerhalb chemischer Verfahren zur Herstellung von Polymeren, insbesondere von chlorierten Olefin- und Vinylpolymeren, ist eine wichtige Prozeßstufe.

Das Ausfällen von feinkörnigen, voneinander isolierten, inklusionsfreien und leicht zu trocknenden festen Polymerteilchen soll bei allen bekannten Verfahren im Prinzip durch zwei Maßnahmen erreicht werden, und zwar durch Verringerung der Ausgangskonzentration und/oder durch das Einstellen des Verhältnisses Lösungsmittel zu Fällungsmittel.

Es sind bereits Vorrichtungen zur Durchführung dieser Stoffzustandsänderung bekannt, die im Prinzip als Rührkessel ausgebildet sind.

Diese Vorrichtungen werden so betrieben, daß in einem Rührkessel die Lösung vorgelegt und dann das Fällungsmittel unter Rührung und Abkühlung zugegeben wird. Diese Verfahren sind demzufolge diskontinuierlich.

Es sind ferner Vorrichtungen zur Durchführung kontinuierlicher Verfahren bekannt, bei denen die entsprechende Lösung in einem mit Heißwasser gefüllten Turm gegeben und das feste chlorierte Polymer dann abgezogen wird oder in einem Turm eine Verdüsung mit Wasserdampf erfolgt. Die Nachteile dieser Wirkprinzipien sind die vor der Trocknung notwendig zu mahlenden stückigen Aggregate oder der notwendig bei Verwendung von Emulgatorzusätzen sich anschließende Waschprozeß.

Es wurde auch bereits eine Vorrichtung zum Füllen von Celluloseacetat beschrieben (DE-AS 1 443 166), welche die Gewinnung von Celluloseacetat in körniger Form aus einer Lösung ermöglicht.

Diese Vorrichtung enthält u. a. ein einseitig verschlossenes Rohr, das eine oder mehrere Öffnungen aufweist. Die dem Rohr zugeführte Lösung wird durch diese Öffnungen in das Fällungsmittel gespritzt, welches durch geeignete Maßnahmen vorzugsweise kreisförmig strömt.

Das Betreiben der Vorrichtung erfordert allerdings eine Beruhigungs- bzw. Verweilzeit im Rohr. Deshalb ist bei einer entsprechenden kontinuierlichen Zufuhr bis zur gewünschten Zusammensetzung nach einer entsprechend der Verfahrensvorschrift Verweilzeit eine diskontinuierliche Abnahme aus dem Behälter angegeben. Eine Turbulenz herrscht nur im Rohr im Moment des Zusammengebens der Flüssigkeitsströme. Der eigentliche Fäll- und Reaktionsvorgang erfolgt dann im ruhenden Medium. Das Rohr dient als Vorrichtung nur zum Mischen der Flüssigkeitsströme. Daher ist das Gesamtverfahren als diskontinuierlich anzusehen.

Die bisher bekannten Vorrichtungen zum Füllen von chlorierten Olefin- und Vinylpolymeren mit nichtlösenden Flüssigkeiten für das Polymere sind Vorrichtungen, die sich nur für eine diskontinuierliche Verfahrensführung eignen. Die Nachteile bestehen in einem hohen apparativen Aufwand und Fällungsmittelbedarf; und durch die notwendige Nachbehandlung der Produkte in einem hohen Energiebedarf.

Ziel der Erfindung

Es ist das Ziel der Erfindung, die gelösten Polymere in einer kontinuierlich arbeitenden Vorrichtung als feinkörnige, voneinander isolierte, inklusionsfreie und leicht zu trocknende Polymerteilchen auszufällen. Die erforderliche Vorrichtung soll bei geringem apparativem Aufwand einen hohen Durchsatz sowie einen geringen Energieaufwand und Fällungsmittelbedarf gewährleisten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zu entwickeln, in der die Lösung in dispergierter Form mit dem Fällungsmittel gemischt und eine innige Durchmischung zur Verdrängung des Lösungsmittels vom Polymeren durch das Fällungsmittel gewährleistet wird.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß mehrere Fällungsrohre als ein wärmeübertragerähnliches Rohrbündel angeordnet sind und jedes der senkrecht angeordneten Fällungsrohre, die einen Innendurchmesser von ca. 2 cm und ein Längen-Durchmesser-Verhältnis von 75 bis 100 besitzen, aus einer Mischzelle und einer Homogenisierungsstrecke besteht. Dabei weist die Mischzelle an ihrem oberen Ende eine axial angeordnete Düse zur Zerstäubung der Lösung und in der Wandung der Mischzelle unterhalb der Düse Bohrungen zum Einspritzen des Fällungsmittels auf.

In der Mischzelle und der Homogenisierungsstrecke sind keine zusätzlichen Einbauten angeordnet.

Die Funktionsweise der Vorrichtung wird durch folgende Aspekte charakterisiert:

- Die Lösung und das Fällungsmittel werden bei Normaltemperatur im Verhältnis 1 zu 0,5 bis 1 zu 1 mittels Pumpen der Mischzelle zugeführt. Die Massenkonzentration des Polymeren in der Lösung beträgt je nach Dispersionsgrad zwischen 3 bis 7,5%.
- Durch die mit entsprechender Geschwindigkeit eingebrachten Flüssigkeiten wird die notwendige Turbulenz zur innigen Durchmischung von Lösung und Fällungsmittel gewährleistet. Die Strömungsverhältnisse in der Homogenisierungsstrecke werden durch eine Reynoldszahl zwischen 7000 und 10000 sowie eine Froudezahl zwischen 2 und 10 charakterisiert.
- Die Makromischung von Lösung und Fällungsmittel erfolgt in der Mischzelle, die Mikromischung in der Homogenisierungsstrecke.
- Beim An- bzw. Abfahren wird das Fällungsmittel im Vor- bzw. Nachlauf zugeführt.

Die Vorteile der Erfindung bestehen insbesondere darin, daß die Fällung kontinuierlich und bei Normaltemperatur erfolgt und daß das gefällte, feinkörnige Polymere als nur noch fällungsmittelfeuchter Feststoff in der aus der Vorrichtung austretenden Suspension enthalten ist. Ein wesentlicher Vorteil ist die vergleichsweise, gegenüber anderen Verfahren in anderen Vorrichtungen, geringe Fällungsmittelmenge.

Anwendungsbeispiele

Die erfindungsgemäße Vorrichtung und ihre Funktionsweise soll nachstehend an Ausführungsbeispielen näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung sind ein einzelnes Fällungsrohr sowie notwendige Zusatzeinrichtungen schematisch dargestellt.

Beispiel 1

Aus Vorlageblättern werden die Lösung und das Fällungsmittel mittels Pumpen in die Mischzelle gedrückt. Mischzelle 8 und Homogenisierungsstrecke 9 sind vertikal angeordnet und direkt miteinander verbunden.

Am unteren Ende des Fällungsrohres schließt sich ein Auffangbehälter oder ein Dekantiergefäß bzw. eine Filtriereinrichtung an.

Eine Chlorpolyethylentetrachlormethanolösung mit dem Chlorgehalt des Chlorpolyethylens von 67% und des Chlorpolyethylens in der Lösung von 5% wurde in das Fällungsrohr mit dem Längen-Durchmesser-Verhältnis von 87,5, mit dem Fällungsmittel Methanol im Verhältnis eins zu 0,7 durch das Strömungsrohr mit dem Durchmesser $8 \cdot 10^{-3}$ m geschickt. Die Froudezahl betrug 10,3 und die Reynoldszahl 9200. Die Ausfällung war vollständig. Die Suspension wurde filtriert und das Filtrat im Trockenschrank getrocknet. Das entstandene Chlorpolyethylenpulver besaß die geforderten Qualitätsparameter.

Beispiel 2

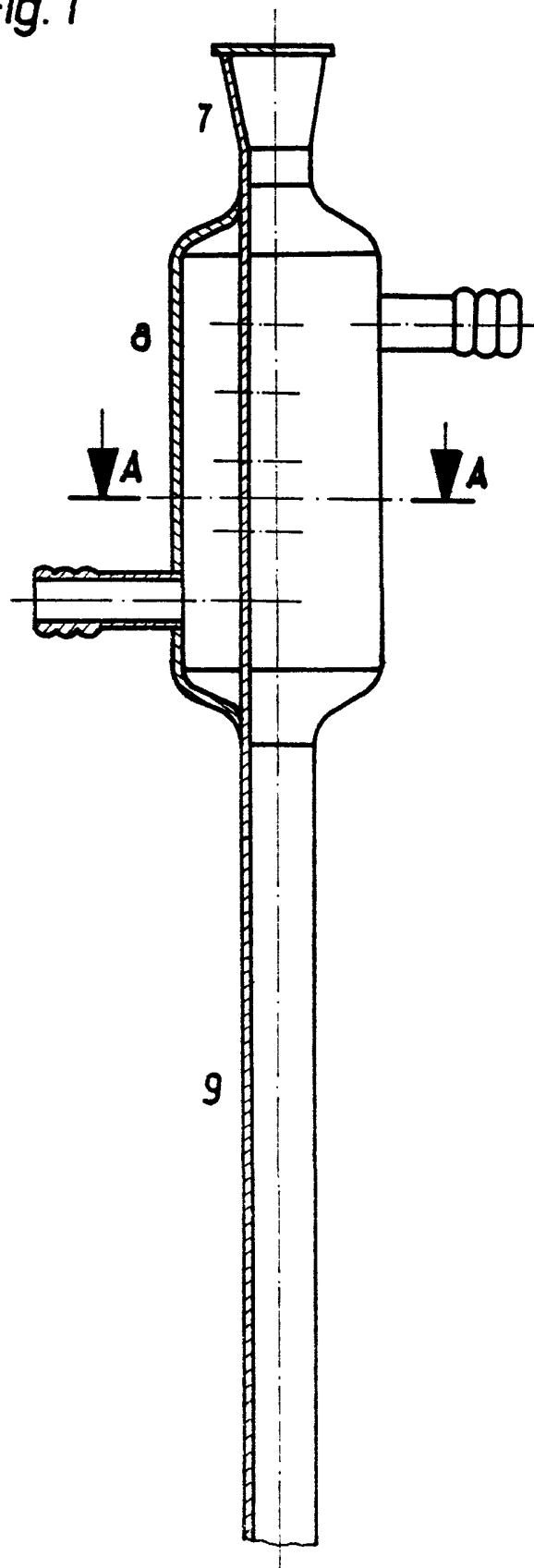
In der gleichen Vorrichtung wie in Beispiel 1 wurde eine Chlorpolyethylentetrachlormethanolösung mit 5 Ma.-% des festen Polymeren im Verhältnis 1 zu 0,6 mit dem Fällungsmittel Methanol durch das Fällungsrohr geschickt. Das Längen-Durchmesser-Verhältnis war 75, die Froudezahl 11 und die Reynoldszahl 9500. Die Ausfällung war vollständig. Das wie in Beispiel 1 behandelte Produkt entsprach den geforderten Qualitätsparametern.

Beispiel 3

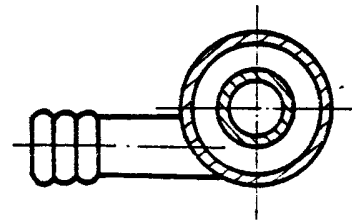
Eine Chlorpolyethylentetrachlormethanolösung mit 5% wurde im Masseverhältnis 1:1 mit dem Fällungsmittel Methanol durch die in Beispiel 1 genannte Vorrichtung geschickt. Das Längen-Durchmesser-Verhältnis war 100, die Froudezahl 7 und die Reynoldszahl 7700.

Weitere Behandlung und Ergebnis sind in Beispiel 1 angeführt.

Fig. 1



Schnitt A - A



Düsenaufsatz

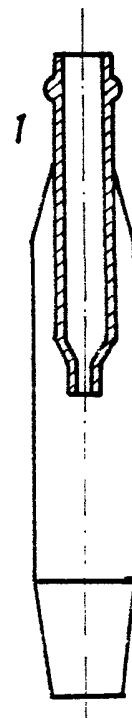
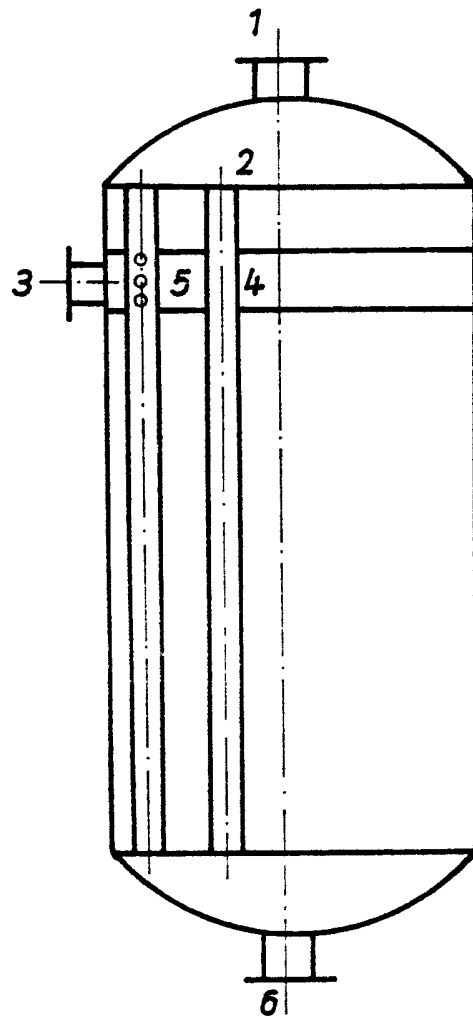


Fig. 2

*Fig. 3*