



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 15 602 T2 2005.10.27**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 242 521 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 15 602.8**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US00/40869**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 982 601.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 01/019908**

(86) PCT-Anmeldetag: **11.09.2000**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **22.03.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **25.09.2002**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **03.11.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **27.10.2005**

(51) Int Cl.⁷: **C08K 3/00**
C08G 75/02

(30) Unionspriorität:

394489 13.09.1999 US

(73) Patentinhaber:

ConocoPhillips Co., Bartlesville, Okla., US

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

**FODOR, S., Jeffrey, Borger, US; GEIBEL, F., Jon,
Bartlesville, US; VIDAUERRI, C., Fernando,
Bartlesville, US**

(54) Bezeichnung: **RÜCKGEWINNUNG VON MODIFIZIERUNGSVERBINDUNGEN UND POLAREN ORGANISCHEN
VERBINDUNGEN AUS EINER POLYARYLENSULFID-RECYCLEMISCHUNG**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung**Gebiet der Erfindung**

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft das Gebiet der Verfahren zum Gewinnen mindestens einer Modifikationsmittelverbindung und mindestens einer polaren organischen Verbindung aus einer Polyarylen-sulfid-Recycle-Mischung. In der vorliegenden Offenbarung die mindestens eine polare organische Verbindung als POC bezeichnet und das Polyarylen-sulfid als P(AS) bezeichnet.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Die Herstellung von P(AS) für eine Vielzahl technischer und kommerzieller Anwendungen ist seit einiger Zeit bekannt. P(AS) ist zu zahlreichen Artikeln formbar, einschließlich zu Komponenten, Folien und Fasern, ohne auf diese beschränkt zu sein, und zwar beispielsweise mit Hilfe der Methoden des Spritzgießens und Extrusionsformens. Diese Artikel verfügen über einen technischen Nutzen in einer Vielzahl von Anwendungen, wo Eigenschaften der Wärmebeständigkeit und chemischen Beständigkeit angestrebt werden. Beispielsweise kann P(AS) als ein Material zum Herstellen von elektrischen und elektronischen Bauteilen und Autoteilen eingesetzt werden.

[0003] Generell wird P(AS) hergestellt, indem die Reaktionsteilnehmer kontaktiert werden, umfassend mindestens eine dihalogenierte aromatische Verbindung, mindestens ein POC, mindestens ein Ausgangsmaterial für Schwefel und mindestens eine Base, und zwar unter Bedingungen der Polymerisationsreaktion. Die Verbindungen des Modifikationsmittels für die Molmasse kann zugesetzt werden, um ein P(AS) mit hoher Molmasse zu erzeugen. Die am meisten bevorzugte Modifikationsmittelverbindung ist Natriumacetat aufgrund ihrer Verfügbarkeit und Wirksamkeit.

[0004] Es gibt mehrere Probleme in Verbindung mit der gegenwärtigen Synthese von P(AS), die hohe Produktionskosten bewirken. Erstens werden sowohl in den Quenchprozessen als auch in den FlashP(AS)-Prozessen Modifikationsmittel zum Synthetisieren des P(AS) mit hoher Molmasse nur einmal in dem Prozess eingesetzt und für den nachfolgenden Gebrauch nicht aufgefangen und in den Kreislauf zurückgeführt. Dieses bedingt hohe Kosten in der Produktion von P(AS) in Folge der höheren Kosten von Ausgangsmaterial und Abfallverbringung. Zweitens, lässt sich das in dem Prozess genutzte POC zurückgewinnen, jedoch oftmals mit hohen Kosten. Beispielsweise wird oftmals n-Hexanol zum Extrahieren von n-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), einem üblichen POC, eingesetzt. Der Betrieb des Hexanol-Extraktionssystems kann die Verarbeitung von Gewichtsanteilen an n-Hexanol zu erzeugtem P(AS) bis zu 30 bis

40:1 erfordern, was hohe Anlagenkosten und Betriebskosten hervorruft.

[0005] Es gibt in der P(AS)-Industrie eine Nachfrage nach einem wirksamen Verfahren zur Gewinnung der Modifikationsmittelverbindung und des POC aus verschiedenen Strömen. Die vorliegende Erfindung gewährt ein solches Verfahren.

Zusammenfassung der Erfindung

[0006] Die vorliegende Erfindung gewährt ein Verfahren zum Gewinnen mindestens einer Modifikationsmittelverbindung und mindestens eines POC aus einer Recycle-Mischung.

[0007] Nach der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Gewinnung mindestens eines POC und mindestens eines Modifikationsmittels aus einer P(AS)-Recycle-Mischung gewährt, welches Verfahren umfasst (oder optional "im Wesentlichen besteht aus" oder "besteht aus"): Trennen der P(AS)-Recycle-Mischung in einer ersten Trennzone, um Methanol und eine Recycle-Mischung von Ausgangsmaterial zu gewinnen, wobei die Recycle-Mischung von Ausgangsmaterial das POC und die Modifikationsmittelverbindung aufweist.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

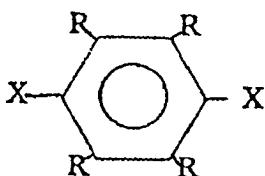
[0008] In der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Gewinnung mindestens einer Modifikationsmittelverbindung und mindestens eines POC aus einer P(AS)-Recycle-Mischung gewährt. Die P(AS)-Recycle-Mischung umfasst Methanol, mindestens eine Modifikationsmittelverbindung und mindestens ein POC. Die P(AS)-Recycle-Mischung wird erhalten, wenn eine P(AS)-Reaktionsmischung mit Methanol in zahlreichen verschiedenen Prozessen kontaktiert wird, die in der vorliegenden Offenbarung nachfolgend beschrieben werden. Die P(AS)-Reaktionsmischungen, die in der vorliegenden Erfindung verwendbar sind, lassen sich mit Hilfe jeder beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Methode erzeugen. Beispiele für Reaktionsmischungen, die in der vorliegenden Erfindung verwendbar sind, sind solche, wie sie nach den US-Patentschriften US-P-3 919 177, 4 038 261, 4 038 262, 4 116 947, 4 282 347 und 4 350 810 hergestellt werden.

[0009] Im Allgemeinen werden in der vorliegenden Erfindung verwendbare P(AS)-Reaktionsmischungen hergestellt durch Kontaktieren einer halogenierten aromatischen Verbindung, mindestens eines POC, mindestens eines Ausgangsmaterials für Schwefel, mindestens einer Base und mindestens einer Modifikationsmittelverbindung unter Bedingungen der Polymerisationsreaktion, um hochmolekulares P(AS) zu erzeugen. Die Verwendung von Modifikationsmittelverbindungen in der Herstellung von

hochmolekularem P(AS) wurde in der US-P-5 334 701 offenbart.

[0010] Der hierin verwendete Begriff "hochmolekular" oder "hochmolekulares P(AS)" bedeutet, dass alle P(AS)-Moleküle hohe relative Molekülmassen haben, die ausreichend hoch sind, um kommerziell erstrebenswert zu sein und in einem unvernetzten Zustand verwendbar sind. In der Regel ist der Schmelzflussindex von hochmolekularem P(AS) kleiner als etwa 3.000 g/10 min. Der hierin verwendete Begriff "niedermolekular" oder "niedermolekulares P(AS)" bedeutet, dass alle P(AS)-Moleküle über relative Molekülmassen verfügen, die zu klein sind, um kommerziell erstrebenswert zu sein und die dadurch in einem unvernetzten Zustand nicht verwendbar sind. Im Allgemeinen ist der Schmelzflussindex eines niedermolekularen P(AS) größer als etwa 3.000 g/10 min.

[0011] Halogenierte aromatische Verbindungen, die für die Erzeugung von in der vorliegenden Erfindung verwendbaren Reaktionsmischungen geeignet sind, lassen sich durch die folgende Formel darstellen:



worin X ein Halogen ist und R ist ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Wasserstoff, Halogenen, und Alkyl, Cycloalkyl, Aryl, Alkylaryl und Arylalkyl-Resten mit etwa 6 bis etwa 24 Kohlenstoffatomen. Beispielhafte halogenierte aromatische Verbindungen schließen die Folgenden ein, ohne auf diese beschränkt zu sein: p-Dichlorbenzol (DCB), p-Dibrombenzol, p-Diiodbenzol, 1-Chlor-4-brombenzol, 1-Chlor-4-iodbenzol, 1-Brom-4-iodbenzol, 2,5-Dichlortoluol, 2,5-Dichlor-p-xylol, 1-Ethyl-4-isopropyl-2,5-dibrombenzol, 1,2,4,5-Tetramethyl-3,6-dichlorbenzol, 1-Butyl-4-cyclohexyl-2,5-dibrombenzol, 1-Hexyl-3-dodecyl-2,5-dichlorbenzol, 1-Octadecyl-2,4-diiodbenzol, 1-Chlor-2-phenyl-4-brombenzol, 1,4-Diiod-2-p-tolylbenzol, 1,4-Dibrom-2-benzylbenzol, 1-Octyl-4-(3-methylcyclopentyl)-2,5-dichlorbenzol und Mischungen davon. Die bevorzugte halogenierte aromatische Verbindung zur Erzeugung der Reaktionsmischung ist DCB, was auf die Verfügbarkeit, leichte Anwendbarkeit und hohe Produktivität der Polymerisation zurückzuführen ist.

[0012] Es muss mindestens eines POC zum Einsatz gelangen, um die Reaktionsmischung zu erzeugen. Beispielhafte POC's schließen die Folgenden ein, ohne auf diese beschränkt zu sein: cyclische oder acyclische organische Amide mit etwa 1 bis etwa 10 Kohlenstoffatomen pro Molekül. Beispielhafte POC's sind ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus: Formamid, Acetamid, N-Methylformamid, N,N-Dime-

thylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N-Ethylpropionamid, N,N-Dipropylbutyramid, 2-Pyrrolidon, N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), ϵ -Caprolactam, N-Methyl- ϵ -caprolactam, N,N'-Ethylen-di-2-pyrrolidon, Hexamethylphosphoramid, Tetramethylharnstoff und Mischungen davon. Das bevorzugte POC zur Verwendung in der Herstellung der Reaktionsmischung ist NMP, was auf die Verfügbarkeit und leichte Anwendbarkeit zurückzuführen ist.

[0013] Zur Herstellung der Reaktionsmischung kann jedes beliebige geeignete Ausgangsmaterial für Schwefel verwendet werden. Beispielhafte Ausgangsmaterialien für Schwefel sind ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus: Thiosulfaten, substituierten und unsubstituierten Thioharnstoffen, cyclischen und acyclischen Thioamiden, Thiocarbamaten, Thiocarbonaten, Trithiocarbonaten, organischen Schwefel enthaltenden Verbindungen, die ausgewählt sind aus Mercaptanen, Mercaptiden und Sulfiden, Hydrogensulfid, Phosphorpentasulfid, Kohlenstoffdisulfiden und Kohlenstoffoxysulfiden sowie Alkalimetallsulfiden und -hydrogensulfiden und Mischungen davon. In der Regel wird die Verwendung eines Alkalimetallbisulfids als Ausgangsmaterial für Schwefel bevorzugt, worin das Alkalimetall ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Natrium, Kalium, Lithium, Rubidium und Cäsium, was auf die Verfügbarkeit und leichte Anwendung zurückzuführen ist. Das bevorzugte Alkalimetallbisulfid ist Natriumhydrogensulfid (NaSH), was auf die Verfügbarkeit und geringen Kosten zurückzuführen ist.

[0014] Geeignete Basen zur Erzeugung der Reaktionsmischung sind Alkalimetallhydroxide, die ausgewählt sind aus der Gruppe, bestehend aus Lithiumhydroxid, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Rubidiumhydroxid, Cäsiumhydroxid und Mischungen davon. Nach Erfordernis kann die Base in situ durch Reaktion des entsprechenden Oxids mit Wasser erzeugt werden. Die bevorzugte Base ist Natriumhydroxid (NaOH), was auf die Verfügbarkeit und leichte Anwendbarkeit zurückzuführen ist. Zur Herstellung der Reaktionsmischung wird mindestens eine Modifikationsmittelverbindung eingesetzt. Die Modifikationsmittelverbindung wird ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alkalimetallcarboxylaten, Alkalimetallhalogeniden, die in POC, Wasser und Mischungen davon löslich sind.

[0015] Alkalimetallcarboxylate als Modifikationsmittelverbindungen lassen sich mit Hilfe der Formel $R^1\text{-COOM}$, worin R^1 der Modifikationsmittelverbindung ein Hydrocarbyl-Rest mit 1 bis etwa 20 Kohlenstoffatomen ist und ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Alkyl, Cycloalkyl und Aryl sowie Kombinationen davon, wie beispielsweise Alkylaryl, Alkylcycloalkyl, Cycloalkylalkyl, Arylalkyl, Arylcycloalkyl, Alkylarylalkyl und Alkylcycloalkylalkyl; und M ist ein Alkalimetall, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend

aus Lithium, Natrium, Kalium, Rubidium und Cäsium. Um zu einer wirksameren Polymerisationsreaktion zu gelangen, ist R^3 vorzugsweise ein Alkyl-Rest mit 1 bis etwa 6 Kohlenstoffatomen oder ein Phenyl-Rest und M ist Lithium oder Natrium. Nach Erfordernis kann das Alkalimetallcarboxylat als Modifikationsmittelverbindung als ein Hydrat oder als eine Lösung oder Dispersion in Wasser eingesetzt werden. Nach Erfordernis kann die Alkalimetallcarboxylat-Modifikationsmittelverbindung in situ mit Hilfe einer Reaktion der entsprechenden Carbonsäure und eines Alkalimetallhydroxids oder -carbonats erzeugt werden.

[0016] Geeignete Alkalimetallcarboxylat-Modifikationsmittelverbindungen, die zur Erzeugung der Reaktionsmischungen eingesetzt werden können, werden ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Lithiumacetat, Natriumacetat, Kaliumacetat, Lithiumpropionat, Natriumpropionat, Lithium-2-methylpropionat, Rubidiumbutyrat, Lithiumvalerat, Natriumvalerat, Cäsiumhexanoat, Lithiumheptanoat, Lithium-2-methyloctanoat, Kaliumdodecanoat, Rubidium-4-ethyltetradeconoat, Natriumoctadecanoat, Natrium-heneicosanoat, Lithiumcyclohexancarboxylat, Cäsiumcyclo-dodecancarboxylat, Natrium-3-methyl-cyclopentancarboxylat, Kaliumcyclohexylacetat, Kaliumbenzoat, Lithiumbenzoat, Natriumbenzoat, Kalium-m-toluat, Lithiumphenylacetat, Natrium-4-phenylcyclohexancarboxylat, Kalium-p-tolylacetat, Lithium-4-ethylcyclohexylacetat und Mischungen davon. Die bevorzugte Alkalimetallcarboxylat-Modifikationsmittelverbindung zur Verwendung in der vorliegenden Erfindung ist Natriumacetat (NaOAc), was auf die Verfügbarkeit, geringen Kosten und Wirksamkeit zurückzuführen ist.

[0017] Alkalimetallhalogenid-Modifikationsmittelverbindungen, die in der vorliegenden Erfindung verwendbar sind, sind solche, die in dem POC löslich sind oder in einer Mischung des POC und einer anderen Modifikationsmittelverbindung löslich gemacht werden können. Beispielsweise kann Lithiumchlorid als die Modifikationsmittelverbindung verwendbar sein, da es in bestimmten POC's löslich ist, wie beispielsweise NMP.

[0018] Beim Abbruch der Polymerisationsreaktion weist die Reaktionsmischung hochmolekulares P(AS), niedermolekulares P(AS), cyclische und lineare P(AS)-Oligomere, mindestens ein POC, mindestens eine Modifikationsmittelverbindung und ein Alkalimetall-Nebenprodukt sowie Wasser auf. Die Reaktionsmischung liegt bei Reaktionstemperaturen im Wesentlichen in flüssiger Form vor. Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt liegt als ein Niederschlag vor.

[0019] Die erste Trennzone kann alle auf dem Gebiet bekannten Mittel zum Trennen der Reaktionsmischung aufweisen. Vorzugsweise wird bei ausrei-

chenden Temperaturen und Drücken eine Fraktioniersäule eingesetzt, um die Rückgewinnung von im Wesentlichen sämtlichem Methanol in nur einem Strom zu ermöglichen und die Gewinnung der Recycle-Mischung des Ausgangsmaterials in einem anderen Strom zu ermöglichen. Sowohl das Methanol als auch die Recycle-Mischung für das Ausgangsmaterial können wiederverwendet werden.

[0020] Die Entfernung von im Wesentlichen sämtlichem Methanol aus der Recycle-Mischung kann dazu führen, dass die Modifikationsmittelverbindung ausfällt. Da beispielsweise Natriumacetat in NMP nicht ausreichend löslich ist, kann das Natriumacetat ausfallen, wenn das Methanol entfernt wird. Das Trennen wird in Gegenwart von Wasser ausgeführt, damit die Modifikationsmittelverbindung eine Lösung mit Wasser und dem POC eingeht, so dass die Lösung leichter verarbeitet werden kann. In der Regel werden 2 bis 10 Mol Wasser pro Mol Modifikationsmittelverbindung zugesetzt, um die Lösung in hinlänglicher Weise zu erzeugen. Vorzugsweise werden 3 bis 8 Mol Wasser pro Mol Modifikationsmittelverbindung zugesetzt und am meisten bevorzugt 4 Mol bis 6 Mol Wasser pro Mol Modifikationsmittelverbindung zugesetzt, um die Lösung in hinlänglicher Weise zu erzeugen.

[0021] In einer ersten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Erzeugung einer P(AS)-Recycle-Mischung durch Kontaktieren von Methanol mit einem Quenchprozess-Reaktionsgemisch gewährt, das hochmolekulares P(AS) aufweist, niedermolekulares P(AS), cyclische und lineare P(AS)-Oligomere, mindestens ein POC, mindestens eine Modifikationsmittelverbindung und ein Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt. In einem Quenchprozess wird die Reaktionsmischung bis zu einer Temperatur unterhalb von etwa 240°C und bevorzugt bis zu einer Temperatur im Bereich von 100° bis 240°C gekühlt. Der Quench-Gewinnungsprozess wurde in der US-P-5 128 445 offenbart.

[0022] Der erste Schritt der ersten Ausführungsform umfasst das Kontaktieren des Quenchprozess-Reaktionsgemisches mit Methanol, um eine an Methanol reiche Quenchprozessmischung zu erzeugen. Methanol muss zur Anwendung gelangen, um den überwiegenden Teil des POC und der Modifikationsmittelverbindung aus dem Quenchprozess-Reaktionsgemisch zu entfernen.

[0023] Im Allgemeinen wird das Quenchprozess-Reaktionsgemisch mit Methanol bei einer ausreichenden Temperatur kontaktiert, um den überwiegenden Teil der Modifikationsmittelverbindung und des POC zu entfernen. Vorzugsweise wird das Quenchprozess-Reaktionsgemisch mit Methanol bei einer Temperatur im Bereich von etwa 20° bis etwa 50°C kontaktiert. In diesem Temperaturbereich sind die

Verluste an Methanol auf ein Minimum herabgesetzt. Im Allgemeinen beträgt der Gewichtsanteil von Methanol zu P(AS) 1:5 bis 15:1 und wird zur Gewinnung der Modifikationsmittelverbindung und des POC verwendet. Vorzugsweise werden Gewichtsmengen im Bereich von 7 bis 11:1 verwendet und am meisten bevorzugt Gewichtsmengen im Bereich von 8 bis 10:1 Methanol zu P(AS). Die bevorzugten Bereiche sind so eingerichtet, dass die Modifikationsmittelverbindung und das POC aus dem Quenchprozess-Reaktionsgemisch wirtschaftlich und ausreichend entfernt werden.

[0024] Im Allgemeinen wird das Quenchprozess-Reaktionsgemisch mit Methanol ausreichend oft kontaktiert, um den überwiegenden Anteil der Modifikationsmittelverbindung und des POC ausreichend zu entfernen. Vorzugsweise wird das Quenchprozess-Reaktionsgemisch mit Methanol in mindestens 3 Wiederholungen kontaktiert. Das Quenchprozess-Reaktionsgemisch kann mit Methanol nach jedem beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahren kontaktiert werden. Beispielsweise können Methoden der Gegenstromwäsche zum Einsatz gelangen. Bei der Gegenstromwäsche strömt das Quenchprozess-Reaktionsgemisch in die eine Richtung und das Methanol strömt in die entgegengesetzte Richtung.

[0025] Der zweite Schritt der ersten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfasst das Abtrennen des an Methanol reichen Quenchprozessgemisches, um ein hochmolekulares P(AS)-Produkt, eine Recycle-Mischung und wahlweise einen niedermolekularen P(AS)-Strom zu erzeugen. Die Recycle-Mischung weist Methanol, POC und die Modifikationsmittelverbindung auf. Der niedermolekulare P(AS)-Strom umfasst niedermolekulares P(AS) und cyclische und lineare P(AS)-Oligomere.

[0026] Die Abtrennung kann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens erfolgen, beispielsweise können in ein solches Verfahren ein Sieben, Zentrifugation und Filtration einbezogen sein, ohne auf diese beschränkt zu sein.

[0027] Das hochmolekulare P(AS)-Produkt kann mit Wasser kontaktiert werden, um ein mit Wasser gewaschenes hochmolekulares P(AS)-Produkt und ein Alkalimetallhalogenid als Nebenproduktstrom zu erzeugen. Der Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom weist Wasser auf, Methanol und Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt. Das mit Wasser gewaschene hochmolekulare P(AS)-Produkt und das Alkalimetallhalogenid-Nebenprodukt werden sodann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens getrennt. Beispielsweise können in ein solches Verfahren Zentrifugation und Filtration einbezogen sein, ohne auf diese beschränkt zu sein.

[0028] Das in der vorliegenden Erfindung erhaltene hochmolekulare P(AS)-Produkt kann mit zahlreichen Additiven gemischt werden. Übliche Additive schließen die Folgenden ein, ohne auf diese beschränkt zu sein: anorganische Füllstoffe (z.B. Glasfaser, Carbonfaser, Titandioxid, Calciumcarbonat, usw.), Antioxidantien, Wärmestabilisatoren, UV-Absorptionsmittel, Farbmittel und Mischungen davon.

[0029] Nach Erfordernis können auch andere Polymere zugesetzt werden, wie beispielsweise: Polyamid-, Polysulfon-, Polycarbonat-, Polyethersulfon-, Polyethylenterephthalat-, Polybutylenterephthalat-, Polyethylen-, Polypropylen-, Polytetrafluorethylen-, Polyetherester-Elastomere und Polyetheramid-Elastomere.

[0030] Nach Erfordernis kann das hochmolekulare P(AS)-Produkt auch bei Temperaturen bis zu etwa 480°C durch Erhitzen vernetzt werden, um vernetzte Produkte mit verbesserten Eigenschaften und hoher Wärmestabilität und guter chemischer Beständigkeit zu schaffen.

[0031] Die Recycle-Mischung wird sodann in der ersten Trennzone abgetrennt, wie vorstehend diskutiert wurde.

[0032] Der Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom kann in einer zweiten Trennzone abgetrennt werden, um Methanol und einen Salzlaugestrom zu erzeugen, wobei der Salzlaugestrom Wasser aufweist und Alkalimetallhalogenid-Nebenprodukt. Die zweite Trennzone kann alle beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Mittel zum Abtrennen des Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstroms aufweisen. Vorzugsweise wird eine Fraktioniersäule bei ausreichenden Temperaturen und Drücken eingesetzt, um die Rückgewinnung von Methanol in dem einen Strom und der zurückzugewinnenden Salzlauge in einem anderen Strom zu ermöglichen. Das Methanol kann wiederverwendet werden.

[0033] In einer zweiten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein anderes Verfahren zur Erzeugung der P(AS)-Recycle-Mischung gewährt. Der erste Schritt der zweiten Ausführungsform umfasst ein Kontaktieren des Quenchprozess-Reaktionsgemisches mit mindestens einem POC bei einer ausreichenden Temperatur, um im Wesentlichen das gesamte niedermolekulare P(AS) und cyclische und lineare Oligomere aufzulösen, um eine an POC angereicherte Quenchprozess-Mischung zu erzeugen.

[0034] Das POC kann jedes beliebige POC sein, wie in der vorliegenden Offenbarung bereits diskutiert wurde, und ist bevorzugt NMP, was auf dessen Verfügbarkeit und leichte Anwendbarkeit zurückzuführen ist. Im Allgemeinen befindet sich das POC bei einer Temperatur im Bereich von etwa 100° bis etwa

220°C. Vorzugsweise befindet sich das POC bei einer Temperatur im Bereich von etwa 135° bis etwa 200°C und am meisten bevorzugt 150° bis 175°C. Bei Temperaturen unterhalb von etwa 135°C ist die Löslichkeit von niedermolekularem P(AS) in POC deutlich niedriger. Bei Temperaturen oberhalb von 200°C kann, sofern NMP als das POC zur Anwendung gelangt, der Dampfdruck von NMP erforderlich machen, dass das Kontaktieren in einem Druckbehälter ausgeführt wird. Je höher die Temperatur des Kontaktierens der Reaktionsmischung mit dem POC ist, um so größer ist die Menge an niedermolekularem P(AS) und linearen und cyclischen Oligomeren, die aus der Reaktionsmischung entfernt werden können.

[0035] Vorzugsweise kann ausreichend POC im Verlaufe des Kontaktierens zur Erzeugung einer an POC reichen Mischung zugesetzt werden, das das niedermolekulare P(AS) und die linearen und cyclischen Oligomere in angemessener Weise auflöst. Dieses ermöglicht die Entfernung von im Wesentlichen von dem gesamten niedermolekularen P(AS) und linearen cyclischen Oligomeren aus dem Quenchprozess-Reaktionsgemisch und damit die Erzeugung eines hochmolekularen P(AS)-Produktes mit hoher Reinheit. Zu einer ausreichenden Entfernung werden vorzugsweise etwa 2 bis etwa 7 Mol POC pro Mol P(AS) zugesetzt. Am meisten bevorzugt werden 3 bis 6 Mol POC pro Mol P(AS) verwendet.

[0036] Im Allgemeinen wird das Quenchprozess-Reaktionsgemisch mit dem POC bei einer ausreichenden Temperatur kontaktiert, um im Wesentlichen das gesamte niedermolekulare P(AS) und die cyclischen und linearen Oligomere aufzulösen. Das Quenchprozess-Reaktionsgemisch kann mit dem POC mehrere Male kontaktiert werden, um noch weiter niedermolekulares P(AS) und lineare und cyclische Oligomere zu entfernen.

[0037] Die Kontaktzeiten zwischen dem Quenchprozess-Reaktionsgemisch und dem POC sollten ausreichend sein, um im Wesentlichen das gesamte niedermolekulare P(AS) und die cyclischen und linearen Oligomere aufzulösen. Es können Kontaktzeiten bis herab zu 1 min ausreichend sein, um niedermolekulares P(AS) und lineare und cyclische Oligomere aus dem Quenchprozess-Reaktionsgemisch abzutrennen.

[0038] Der zweite Schritt der zweiten Ausführungsform umfasst das Abtrennen des an POC reichen Quenchprozessgemisches, um einen festen Quenchprozessstrom und einen flüssigen Quenchprozessstrom zu erzeugen. Der feste Quenchprozessstrom liegt in einer im Wesentlichen festen Form vor und weist das hochmolekulare P(AS), das POC, die Modifikationsmittelverbindung und das Alkalimetallhalogenid-Nebenprodukt auf. Das hochmolekulare

P(AS) liegt im Wesentlichen in einer granularen Form vor. Der flüssige Quenchprozessstrom liegt in einer im Wesentlichen flüssigen Form vor und weist das POC auf, die Modifikationsmittelverbindung und im Wesentlichen das gesamte niedermolekulare P(AS) und cyclische und lineare P(AS)-Oligomere. Das niedermolekulare P(AS) liegt in Form fein verteilter Feststoffe vor.

[0039] Die Abtrennung sollte bei einer Temperatur ähnlich denjenigen Temperaturen abgeschlossen werden, bei denen das POC mit dem Quenchprozess-Reaktionsgemisch kontaktiert wird. Wenn das an POC reiche Quenchprozessgemisch gekühlt ist, können das niedermolekulare P(AS) und lineare und cyclische Oligomere auf dem hochmolekularen P(AS)-Produkt ausfallen, wodurch der Wirkungsgrad der Entfernung herabgesetzt wird. Diese Abtrennung kann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens erreicht werden. Beispielsweise kann ein Sieben zum Einsatz gelangen.

[0040] Der dritte Schritt der zweiten Ausführungsform umfasst das Kontaktieren des festen Abschreckprozessstromes mit Methanol, um ein an Methanol reiches Abschreckprozess-P(AS)-Produktgemisch zu erzeugen. Methanol muss zur Entfernung des überwiegenden Teils des POC und der Modifikationsmittelverbindung aus dem festen Quenchprozessstrom verwendet werden.

[0041] Im Allgemeinen wird der feste Quenchprozessstrom mit Methanol bei einer ausreichenden Temperatur kontaktiert, um den überwiegenden Teil der Modifikationsmittelverbindung und des POC zu entfernen. Vorzugsweise wird der feste Quenchprozessstrom mit Methanol bei einer Temperatur im Bereich von etwa 20° bis etwa 50°C kontaktiert. In diesem Temperaturbereich sind die Methanolverluste auf ein Minimum reduziert. Im Allgemeinen werden Gewichtsanteile an Methanol zu P(AS) von 1:5 bis 15:1 verwendet, um die Modifikationsmittelverbindung und das POC zu gewinnen. Vorzugsweise werden Gewichtsmengen im Bereich von 7 bis 11:1 Methanol zu P(AS) verwendet und am meisten bevorzugt Gewichtsmengen im Bereich von 8 bis 10:1 Methanol zu P(AS) verwendet. Die bevorzugten Bereiche sind so eingerichtet, dass die Modifikationsmittelverbindung und das POC ausreichend und wirtschaftlich aus dem festen Quenchprozessstrom abgetrennt werden.

[0042] Im Allgemeinen wird der feste Quenchprozessstrom mit Methanol ausreichend oft kontaktiert, um den überwiegenden Teil der Modifikationsmittelverbindung und des POC in angemessener Weise zu entfernen. Vorzugsweise wird der feste Quenchprozessstrom mit Methanol in mindestens 3 Wiederholungen kontaktiert. Der feste Quenchprozessstrom kann mit Methanol mit Hilfe jeder beliebigen, auf dem

Gebiet bekannten Methode kontaktiert werden. Beispielsweise können Methoden der Gegenstromwäsche zum Einsatz gelangen. In der Gegenstromwäsche strömt der feste Quenchprozessstrom in die eine Richtung und das Methanol strömt in die entgegengesetzte Richtung.

[0043] Der vierte Schritt der zweiten Ausführungsform umfasst das Abtrennen des an Methanol angereicherten Quenchprozess-P(AS)-Produktgemisches, um ein hochmolekulares P(AS)-Produkt und eine Recycle-Mischung zu erzeugen. Die Recycle-Mischung weist Methanol, POC und Modifikationsmittelverbindung auf.

[0044] Die Recycle-Mischung kann in der ersten Trennzone abgetrennt werden, wie in der vorliegenden Offenbarung bereits diskutiert wurde.

[0045] Das hochmolekulare P(AS)-Produkt kann mit Wasser kontaktiert werden, um ein mit Wasser gewaschenes hochmolekulares P(AS)-Produkt und einen Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom zu erzeugen. Der Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom kann in der zweiten Trennzone behandelt werden, wie in der vorliegenden Offenbarung vorstehend diskutiert wurde.

[0046] In einer dritten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein anderes Verfahren zum Erzeugen der P(AS)-Recycle-Mischung gewährt. Der erste Schritt der dritten Ausführungsform umfasst das Kontaktieren eines flüssigen Quenchproduktstroms mit Methanol, um ein an Methanol angereichertes niedermolekulares P(AS)-Quenchprozessgemisch zu erzeugen. Es können die gleichen Bedingungen zur Anwendung gelangen, wie sie beim Kontaktieren des festen Quenchprozessstroms mit Methanol angewandt wurden.

[0047] Der zweite Schritt der dritten Ausführungsform umfasst das Abtrennen des an Methanol angereicherten niedermolekularen P(AS)-Quenchprozessgemisches, um ein niedermolekulares P(AS)-Produkt und die P(AS)-Recycle-Mischung zu erzeugen. Die P(AS)-Recycle-Mischung weist das Methanol auf, POC und Modifikationsmittelverbindung. Das niedermolekulare P(AS)-Produkt weist das niedermolekulare P(AS) und cyclische und lineare P(AS)-Oligomere auf. Die Abtrennung kann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens ausgeführt werden. Beispielsweise können in derartige Verfahren eine Zentrifugation und Filtration einbezogen sein, ohne auf diese beschränkt zu sein.

[0048] Die Recycle-Mischung kann in der ersten Trennzone abgetrennt werden, wie in der vorliegenden Erfindung bereits diskutiert wurde.

[0049] Das niedermolekulare P(AS)-Produkt kann mit Wasser kontaktiert werden, um ein mit Wasser gewaschenes niedermolekulares P(AS)-Produkt und einen Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom zu erzeugen. Der Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom kann in der zweiten Trennzone behandelt werden, wie in der vorliegenden Erfindung bereits diskutiert wurde.

[0050] In einer vierten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zum Erzeugen der P(AS)-Recycle-Mischung aus dem Kontaktieren eines Flashprozess-Reaktionsgemisches mit Methanol gewährt. In einem Flash-Gewinnungsprozess wird das Reaktionsgemisch einer Niederdruckverdampfung unterworfen, um den überwiegenden Teil des POC zu entfernen. Nach Erfordernis kann das POC zur nachfolgenden Polymerisation nach Kondensation in den Kreislauf zurückgeführt werden. Nach der Flash-Gewinnung wird ein Flashprozess-Reaktionsgemisch erzeugt, das hochmolekulares P(AS) aufweist, niedermolekulares P(AS), cyclische und lineare P(AS)-Oligomere, Alkalimetallhalogenid-Nebenprodukt, Modifikationsmittelverbindung und POC.

[0051] Die beim Flash-Gewinnungsprozess zum Einsatz gelangenden Bedingungen können erheblich schwanken, jedoch können vorzugsweise verminderte Drücke zum Einsatz gelangen. Im Allgemeinen sollte der Druck in dem Flash-Gewinnungsprozess ausreichend sein, um etwa 30% bis etwa 90% des POC zu verdampfen, wobei im typischen Fall eine Druckminderung von näherungsweise 1,48 MPa (200 psig) Überdruck erforderlich ist. Es können Drücke bis herab zu 101,62 kPa (0,05 psig) Überdruck zum Einsatz gelangen, obgleich der Druck in der Regel nicht unterhalb von 108,2 kPa (1 psig) Überdruck liegt. Die Temperaturen des Reaktionsgemisches aus dem Reaktor liegen gewöhnlich im Bereich von etwa 200° bis etwa 325°C. Temperaturen in einem Flash-Gewinnungskessel nach Druckminderung liegen im Allgemeinen im Bereich von etwa 90° bis etwa 200°C in Abhängigkeit von dem Druck im Flash-Gewinnungskessel.

[0052] Es sind zahlreiche Verfahren zur Flash-Gewinnung von P(AS) auf dem Gebiet bekannt, einschließlich die US-P-3 478 000 und 3 956 060.

[0053] Der erste Schritt der vierten Ausführungsform umfasst das Kontaktieren des Flashprozess-Reaktionsgemisches mit Methanol, um ein an Methanol angereichertes Flashprozess-Reaktionsgemisch zu erzeugen. Die Prozeduren zum Kontaktieren des Flashprozess-Reaktionsgemisches mit Methanol sind die gleichen, wie sie bereits für das Quenchprozess-Reaktionsgemisch diskutiert wurden.

[0054] Der zweite Schritt der dritten Ausführungsform umfasst das Abtrennen des an Methanol angereicherten Flashprozessgemisches zur Erzeugung eines P(AS)-Produktes und einer Recycle-Mischung. Die Recycle-Mischung weist Methanol auf, POC und Modifikationsmittelverbindung. Das P(AS)-Produkt umfasst hochmolekulares P(AS), niedermolekulares P(AS) und cyclische und lineare P(AS)-Oligomere. Die Abtrennung kann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens erfolgen. Beispielsweise können in derartige Verfahren die Zentrifugation und Filtration einbezogen sein, ohne auf diese beschränkt zu sein.

[0055] Die Recycle-Mischung kann in der ersten Trennzone abgetrennt werden, wie in der vorliegenden Offenbarung bereits diskutiert wurde.

[0056] Das P(AS)-Produkt kann mit Wasser kontaktiert werden, um ein mit Wasser gewaschenes P(AS)-Produkt und einen Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom zu erzeugen. Der Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom kann in der zweiten Trennzone behandelt werden, wie in der vorliegenden Offenbarung bereits diskutiert wurde.

[0057] In einer fünften Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein anderes Verfahren zum Erzeugen der P(AS)-Recycle-Mischung aus einem Flashprozess-Reaktionsgemisch gewährt. Der erste Schritt der fünften Ausführungsform umfasst das Kontaktieren des Flashprozess-Reaktionsgemisches mit mindestens einem POC bei einer ausreichenden Temperatur, um den überwiegenden Anteil des niedermolekularen P(AS) und der cyclischen und linearen Oligomere aufzulösen, um ein an POC angereichertes Flashprodukt-Reaktionsgemisch zu erzeugen. Das Flashprozess-Reaktionsgemisch wird mit POC nach dem gleichen Verfahren kontaktiert, wie für das Quenchprozess-Reaktionsgemisch bereits diskutiert wurde.

[0058] Der zweite Schritt der fünften Ausführungsform umfasst das Abtrennen des an POC angereicherten Flashprozessgemisches zur Erzeugung eines festen Flashprozessstroms und eines flüssigen Flashprozessstroms. Der feste Flashprozessstrom liegt in einer im Wesentlichen festen Form vor und weist unlösliches P(AS) auf, das POC, Modifikationsmittelverbindung und das Alkalimetallhalogenid-Nebenprodukt. Der flüssige Flashprozessstrom liegt in einer im Wesentlichen flüssigen Form vor und weist lösliches P(AS) und das POC auf. Das Abtrennen kann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens erfolgen. Beispielsweise sind in derartige Verfahren die Zentrifugation und Filtration einbezogen, ohne auf diese beschränkt zu sein.

[0059] Der dritte Schritt der fünften Ausführungsform umfasst das Kontaktieren des festen Flashpro-

zessstroms mit Methanol, um ein an Methanol angereichertes P(AS)-Flashprozess-Produktgemisch zu erzeugen. Der feste Flashprozessstrom wird mit Methanol mit Hilfe des gleichen Verfahrens kontaktiert, wie vorstehend bereits für den festen Quenchprozessstrom diskutiert wurde.

[0060] Der vierte Schritt der fünften Ausführungsform umfasst das Abtrennen des an Methanol angereicherten P(AS)-Flashprozess-Produktgemisches zur Erzeugung eines hochmolekularen P(AS)-Produktes und der Recycle-Mischung. Die Recycle-Mischung weist Methanol auf, das POC und Modifikationsmittelverbindung. Die Abtrennung kann mit Hilfe jedes beliebigen, auf dem Gebiet bekannten Verfahrens erfolgen. Beispielsweise können in derartige Verfahren die Zentrifugation und Filtration einbezogen sein.

[0061] Die Recycle-Mischung kann in der ersten Trennzone abgetrennt werden, wie bereits in der vorliegenden Erfindung diskutiert wurde.

[0062] Das hochmolekulare P(AS)-Produkt kann mit Wasser kontaktiert werden, um ein mit Wasser gewaschenes hochmolekulares P(AS)-Produkt und einen Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom zu erzeugen. Der Alkalimetallhalogenid-Nebenproduktstrom kann in der zweiten Trennzone behandelt werden, wie bereits in der vorliegenden Offenbarung diskutiert wurde.

Beispiele

Beispiel 1

[0063] Die folgenden Beispiele zeigen, dass Methanol aus dem NMP durch Fraktionierung abgetrennt werden kann.

[0064] Es wurden 72 g Methanol und 75 g NMP (Fisher, rein) zu einem 250 ml-Rundkolben gegeben, der Siedesteine enthielt. Der Kolben wurde an eine Fraktionierkolonne mit Vakuumsäule angeschlossen. Unter Anwendung eines Heizmantels wurde auf den Rundkolben Wärme gegeben. Der mit Vakuummantel versehene Fraktionierkolben wurde langsam durch inneren Rückfluss erhitzt. Der Dampf beginnt durch einen Kühler in einen Rezipienten zu strömen, um einen flüssigen Überkopfstrom zu erzeugen. Der Dampfstrom wurde langsamer, bis die Temperatur der Fraktioniersäule unter weiterem Erhitzen des Rundkolbens anstieg. Beim Erreichen des Siedepunktes des NMP wurde der Fluss des flüssigen Überkopfstroms wieder aufgenommen. Sodann wurde die mit Vakuummantel versehene Fraktioniersäule bis Raumtemperatur gekühlt. Das Erhitzen des Rundkolben-Flash wurde sodann beendet.

[0065] Es wurden Fraktionen von flüssigem Über-

kopfstrom in kleinen Ampullen aufgefangen. Diese Fraktionen und eine Probe der in dem Rundkolben zurückbleibenden Flüssigkeit wurden unter Anwendung der Gaschromatographie analysiert: Die Analysen der Fraktionen zeigten, dass 99,547 Gew.% des aufgefangenen flüssigen Überkopfstroms Methanol waren und 0,453 Gew.% NMP. Die Analyse der Probe der Flüssigkeit in dem Rundkolben zeigte 100% NMP.

[0066] Damit kann Methanol wirksam von NMP abgetrennt werden.

Beispiel 2

[0067] Dieses Beispiel zeigt die Abtrennung einer Recycle-Mischung zur Erzeugung von Methanol und einer Recycle-Einsatzmischung.

[0068] Eine Recycle-Mischung mit einem Gehalt von 78,03 Gew.% NMP, 15,90 Gew.% Methanol und 6,07 Gew.% Natriumacetat wurde in einen kontinuierlichen Labor-Destillationskessel mit einer kontinuierlichen Rate von 504,20 cm³/h zugeführt. Zu Beginn wurde eine kleine Menge an NMP dem Kessel zugesetzt. Der Kessel wurde so lange erhitzt, bis die Recycle-Mischung Rückfluss erreichte, zu welchem Punkt die Kesseltemperatur näherungsweise 210°C betrug und die Temperatur in der gesamten Säule etwa 66° bis 208°C betrug. Ein Methanolstrom wurde durch einen Überkopf-Splitter gewonnen und zu einem Überkopfabscheider geleitet und anschließend zu einem Überkopf-Rezipienten. Der Überkopf-Splitter war so eingestellt, dass er für 0,2 min sammelte und für 5 Sekunden an den Überkopf-Rezipienten weiterleitete. Die Recycle-Einsatzmischung wurde aus dem Kessel mit einer Rate von 87,40 cm³/h gepumpt. Nach näherungsweise einer Stunde wurden Proben von dem Methanolstrom und der Recycle-Einsatzmischung im Boden des Kessels genommen.

[0069] Die Recycle-Einsatzmischung und der Methanolstrom wurden mit Hilfe der Gaschromatographie analysiert. Die Recycle-Einsatzmischung enthielt 99,50 Gew.% NMP, 0,29 Gew.% Methanol und 0,21 Gew.% andere Verbindungen. Der Methanolstrom enthielt 99,73 Gew.% Methanol, 0,08 Gew.% NMP und 0,19 Gew.% andere Verbindungen.

[0070] Im Verlaufe des Versuchs wurde durch visuelle Untersuchung festgestellt, dass sich Natriumacetat am Boden des Destillationskessels und der Säule ansammelte.

[0071] Dieses Beispiel lehrt, dass Methanol wirksam aus Natriumacetat und NMP entfernt werden kann.

Beispiel 3

[0072] Dieses Beispiel demonstriert, dass Wasser zu einer Recycle-Mischung zugesetzt werden kann, um die Ansammlung von Natriumacetat im Boden des Destillationskessels verhindern zu helfen.

[0073] Es wurden die gleichen Prozeduren, wie sie in Beispiel 2 offenbart wurden, mit der Ausnahme eingesetzt, dass die Recycle-Mischung 14,60 Gew.% Methanol, 72,00 Gew.% NMP, 4,60 Gew.% Natriumacetat und 8,8 Gew.% Wasser enthielt. Die Kesseltemperatur betrug näherungsweise 190° bis 198°C und die Temperatur in der gesamten Säule näherungsweise 68° bis 102°C. Der Überkopf-Splitter war so eingestellt, dass er für 0,3 min sammelte und zum Überkopf-Rezipienten für 5 Sekunden weiterleitete.

[0074] Es wurden Proben des Methanolstroms und der Recycle-Einsatzmischung nach 8,66 Stunden Destillation aufgefangen und mit Hilfe der Gaschromatographie analysiert. Die Recycle-Einsatzmischung enthielt 97,53 Gew.% NMP, 0,00 Gew.% Methanol, 1,63 Gew.% Wasser und 0,16 Gew.% andere Verbindungen. Der Methanolstrom enthielt 97,36 Gew.% Methanol, 0,03 Gew.% NMP, 2,60 Gew.% Wasser und 0,02 Gew.% andere Verbindungen. Am Boden des Destillationskessels wurde ein vernachlässigbarer Niederschlag von Natriumacetat festgestellt. Zur Bestimmung der Menge an Natriumacetat in der Recycle-Einsatzmischung wurde die Ionenchromatographie angewendet. Es wurden 0,69 Gew.% Natriumacetat gefunden.

[0075] Dieser Versuch veranschaulicht, dass die Zugabe von Wasser zur Recycle-Mischung die Ansammlung von Natriumacetat am Boden des Destillationskessels im Wesentlichen verhindert. Ein exakter Masseausgleich wurde in diesem Versuch für das Natriumacetat nicht erreicht, da die Destillation nicht über eine ausreichend lange Dauer weitergeführt wurde.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Gewinnen mindestens einer polaren organischen Verbindung und mindestens eines Modifikationsmittels aus einer Polyarylsulfid (P(AS))-Recycle-Mischung, aufweisend mindestens eine polare organische Verbindung, das mindestens eine Modifikationsmittel sowie Methanol, welches Verfahren das Überleiten der P(AS)-Recycle-Mischung zusammen mit Wasser zu einer Trennzone umfasst sowie Gewinnen der polaren organischen Verbindung und des Modifikationsmittels als eine Recycle-Einsatzmischung, wobei die P(AS)-Recycle-Mischung von einem P(AS)-Reaktionsgemisch deriviert ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem die

P(AS)-Recycle-Mischung erzeugt wird mit Hilfe eines Verfahrens, umfassend:

- 1) Kontaktieren eines Quenchprozess-Reaktionsgemisches mit Methanol, um eine an Methanol angereicherte Quenchprozess-Mischung zu erzeugen; wobei das Quenchprozess-Reaktionsgemisch hochmolekulares Poly(arylsulfid) aufweist, niedermolekulares Poly(arylsulfid), cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere, mindestens eine polare organische Verbindung, mindestens eine Modifikationsmittelverbindung und ein Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt;
- 2) Trennen der an Methanol angereicherten Quenchprozess-Mischung, um ein hochmolekulares Poly(arylsulfid)-Produkt und die P(AS)-Recycle-Mischung zu erzeugen.

3. Verfahren nach Anspruch 2, bei welchem in Schritt (2) auch ein niedermolekularer Poly(arylsulfid)-Strom erhalten wird, wobei der niedermolekulare Poly(arylsulfid)-Strom niedermolekulares Poly(arylsulfid) aufweist und cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere.

4. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem die P(AS)-Recycle-Mischung erzeugt wird mit Hilfe eines Verfahrens, umfassend:

- 1) Kontaktieren eines Quenchprozess-Reaktionsgemisches, das hochmolekulares Poly(arylsulfid) aufweist, niedermolekulares Poly(arylsulfid), cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere, mindestens ein POC, mindestens ein Modifikationsmittel und ein Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt mit mindestens einer polaren organischen Verbindung bei einer ausreichenden Temperatur, um im Wesentlichen das gesamte niedermolekulare Poly(arylsulfid) und die cyclischen und linearen Oligomeren aufzulösen, um eine an polarer organischer Verbindung angereicherte Quenchprozessmischung zu erzeugen;
- 2) Trennen der an polarer organischer Verbindung angereicherten Quenchprozess-Mischung, um einen festen Quenchprozessstrom und einen flüssigen Quenchprozessstrom zu erzeugen; wobei der feste Quenchprozessstrom weitgehend in fester Form vorliegt und das hochmolekulare Poly(arylsulfid), die polare organische Verbindung, die Modifikationsmittelverbindung und das Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt aufweist; wobei der flüssige Quenchprozessstrom weitgehend in flüssiger Form vorliegt und im Wesentlichen das gesamte niedermolekulare Polyarylsulfid und die cyclischen und linearen Poly(arylsulfid)-Oligomere, die polare organische Verbindung und die Modifikationsmittelverbindung aufweist;
- 3) Kontaktieren des festen Quenchprozessstroms mit Methanol, um ein an Methanol angereichertes Poly(arylsulfid)-Quenchprozess-Produktgemisch zu erzeugen; sowie
- 4) Trennen des an Methanol angereicherten Po-

ly(arylsulfid)-Quenchprozess-Produktgemisches, um ein hochmolekulares Poly(arylsulfid)-Produkt und die P(AS)-Recycle-Mischung zu erzeugen; wobei die Recycle-Mischung Methanol aufweist, die polare organische Verbindung und die Modifikationsmittelverbindung.

5. Verfahren nach Anspruch 4, ferner umfassend:

- 1) Kontaktieren des flüssigen Quenchprozessstroms mit Methanol, um eine an Methanol angereicherte niedermolekulare Poly(arylsulfid)-Quenchprozessmischung zu erzeugen;
- 2) Trennen der an Methanol angereicherten niedermolekularen Poly(arylsulfid)-Quenchprozessmischung, um ein niedermolekulares Poly(arylsulfid)-Produkt und eine zweite P(AS)-Recycle-Mischung zu erzeugen; wobei die zweite P(AS)-Recycle-Mischung Methanol aufweist, die polare organische Verbindung und die Modifikationsmittelverbindung; und wobei das niedermolekulare Poly(arylsulfid)-Produkt das niedermolekulare Poly(arylsulfid) aufweist und cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere.

6. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem die P(AS)-Recycle-Mischung mit Hilfe eines Verfahrens erzeugt wird, umfassend:

- 1) Kontaktieren eines Flashprozess-Reaktionsgemisches mit Methanol, um eine an Methanol angereicherte Flashprozess-Mischung zu erzeugen; wobei das Flashprozess-Reaktionsgemisch ein hochmolekulares Poly(arylsulfid)-Produkt aufweist, niedermolekulares Poly(arylsulfid), cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere, mindestens ein POC, mindestens ein Modifikationsmittel und mindestens ein Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt;
- 2) Trennen der an Methanol angereicherten Flashprozess-Mischung, um ein Poly(arylsulfid)-Produkt zu erzeugen und die P(AS)-Recycle-Mischung; wobei das Poly(arylsulfid)-Produkt hochmolekulares Poly(arylsulfid) aufweist, niedermolekulares Poly(arylsulfid) und cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere; wobei die P(AS)-Recycle-Mischung Methanol aufweist, die polare organische Verbindung und die Modifikationsmittelverbindung.

7. Verfahren nach Anspruch 1, bei welchem die P(AS)-Recycle-Mischung erzeugt wird mit Hilfe eines Verfahrens, umfassend:

- 1) Kontaktieren eines Flashprozess-Reaktionsgemisches, aufweisend hochmolekulares Poly(arylsulfid), niedermolekulares Poly(arylsulfid), cyclische und lineare Poly(arylsulfid)-Oligomere, mindestens ein POC, mindestens ein Modifikationsmittel und ein Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt mit mindestens einer polaren organischen Verbindung bei einer ausreichenden Temperatur, um den größten Teil des

niedermolekularen Poly(arylsulfids) und der cyclischen und linearen Oligomere aufzulösen, um eine an polarer organischer Verbindung angereicherte Flashprozess-Mischung zu erzeugen;

2) Trennen der an polarer organischer Verbindung angereicherten Flashprozess-Mischung, um einen festen Flashprozessstrom und einen flüssigen Flashprozessstrom zu erzeugen;

wobei der feste Flashprozessstrom im Wesentlichen in fester Form vorliegt und unlösliches Poly(arylsulfid) aufweist, die polare organische Verbindung, die Modifikationsmittelverbindung und das Alkalimetallhalogenid als Nebenprodukt;

wobei der flüssige Flashprozessstrom im Wesentlichen in flüssiger Form vorliegt und lösliches Poly(arylsulfid) aufweist und die polare organische Verbindung;

3) Kontaktieren des festen Flashprozessstroms mit Methanol um ein an Methanol angereichertes Poly(arylsulfid)-Flashprozess-Produktgemisch zu erzeugen; sowie

4) Trennen des an Methanol angereicherten Poly(arylsulfid)-Flashprozess-Produktgemisches, um ein hochmolekulares Poly(arylsulfid)-Produkt und die P(AS)-Recycle-Mischung zu erzeugen;

wobei die P(AS)-Recycle-Mischung Methanol aufweist, die polare organische Verbindung und Modifikationsmittelverbindung.

8. Verfahren nach Anspruch 7, ferner umfassend das Rückführen des flüssigen Flashprozessstromes zu einem Poly(arylsulfid)-Polymerisationsprozess.

9. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, bei welchem die rückgeführte Einsatzmischung als eine Flüssigkeit gewonnen wird.

10. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, bei welchem das Wasser in einer ausreichenden Menge zugesetzt wird, um eine Lösung der mindestens einen Modifikationsmittelverbindung in der Trennzone zu erzeugen.

11. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, bei welchem das Wasser in einer Menge in einem Bereich von 2 bis 10 Mol Wasser pro Mol der Modifikationsmittelverbindung zugesetzt wird.

12. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, bei welchem das Wasser in einer Menge im Bereich von 3 bis 8 Mol Wasser pro Mol der Modifikationsmittelverbindung zugesetzt wird.

13. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, bei welchem das P(AS) Poly(phenylsulfid) ist und die polare organische Verbindung N-Methylpyrrolidon (NMP) ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen