

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 997/2012
(22) Anmeldetag: 12.09.2012
(43) Veröffentlicht am: 15.04.2014

(51) Int. Cl.: **B29C 47/76** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
EP 1302501 A2
WO 0078524 A1
JP 60124232 A
GB 1126193 A

(71) Patentanmelder:
NEXT GENERATION RECYCLINGMASCHI-
NEN GMBH
4101 FELDKIRCHEN AN DER DONAU (AT)

(72) Erfinder:
Pichler Thomas
4171 St. Peter am Wimberg (AT)

Hehenberger David
4170 Haslach an der Mühl (AT)

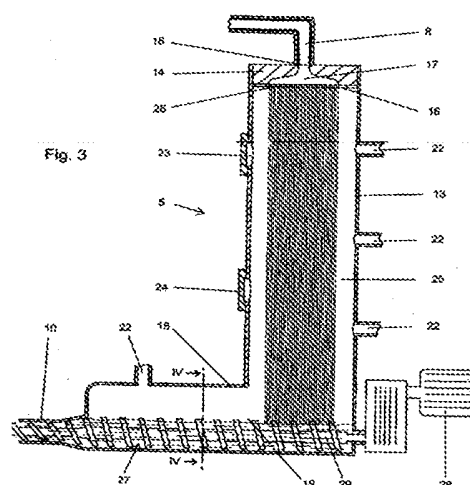
Behoun Helmut
4300 St. Valentin (AT)

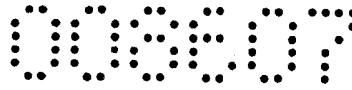
Pichler Bernhard
4171 St. Peter am Wimberg (AT)

(74) Vertreter:
Beer & Partner Patentanwälte KG
WIEN

(54) **Verfahren und Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze**

(57) Bei einem Verfahren und einer Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze unter Unterdruck tritt die Schmelze durch eine Lochplatte oder ein Sieb (16) mit mehreren Öffnungen (26) mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm in eine Kammer (25) ein, in der ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht. Die Schmelze passiert diese Kammer (25) ein, in der ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht. Die Schmelze passiert dieser Kammer (25) dunnen Faden im freien Fall und verweilt in einem Sarnnelbehälter (19) unterhalb der Kammer (25) für wenigstens eine Minute. Im Sarnnelbehälter (19) wird die Schmelze von einem schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) ständig bewegt und von diesem aus dem Sammelbehälter (19) ausgetragen.



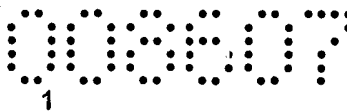


16

Zusammenfassung:

Bei einem Verfahren und einer Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze unter Unterdruck tritt die Schmelze durch eine Lochplatte oder ein Sieb (16) mit mehreren Öffnungen (26) mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm in eine Kammer (25) ein, in der ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht. Die Schmelze passiert diese Kammer (25) in dünnen Fäden im freien Fall und verweilt in einem Sammelbehälter (19) unterhalb der Kammer (25) für wenigstens eine Minute. Im Sammelbehälter (19) wird die Schmelze von einem schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) ständig bewegt und von diesem aus dem Sammelbehälter (19) ausgetragen.

(Fig. 3)



Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze unter Unterdruck.

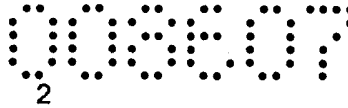
Die Erfindung betrifft des Weiteren eine Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze mit einer unter Unterdruck stehenden Kammer mit wenigstens einer Öffnung, durch welche die Schmelze in die Kammer eintritt und welche die Schmelze ohne Kontakt zur Kammerwand passieren kann.

Polykondensate (PET, PBT, PEN, PC etc.) sind Thermoplaste, welche durch Polykondensation hergestellt werden. Bei der Polykondensation verknüpfen sich Monomere durch Abspaltung von Reaktionsprodukten (z.B. Wasser) über eine Stufenreaktion zu Polykondensaten. Die Polykondensation ist demnach mit einem Kettenwachstum verbunden. Diese Molekülkettenlänge bestimmt maßgeblich die mechanischen Eigenschaften von Produkten aus Polykondensaten. Dieser Vorgang ist nicht nur bei der Herstellung von z.B. PET-Neuware von Bedeutung, sondern spielt ganz besonders beim Recycling von derartigen Produkten eine wesentliche Rolle.

Es ist bekannt, dass Polyester hygroscopisch sind und Feuchtigkeit binden. Bei der Verarbeitung von z.B. PET auf Extrusionsmaschinen kommt es beim Vorhandensein von Wasser zur sogenannten Hydrolyse, d.h. Polymerketten werden aufgespaltet, was zu einer Verringerung der Grenzviskosität führt. Um diese Materialschädigung möglichst gering zu halten ist es üblich, PET vor der Verarbeitung auf Extrudern zu trocknen. Gänzlich verhindert werden kann sie jedoch nicht.

Ebenso ist bekannt, dass das Verweilen von Polyester unter hoher Temperatur und unter Vakuum oder Inertgas Polykondensation bewirkt und somit die Viskosität des Polyesters erhöht wird. Die bekannten Verfahren der Schmelzepolykondensation oder der Festphasenpolykondensation oder einer Kombination aus beiden werden üblicherweise zur Herstellung hochmolekularer Polyester aus niedrigmolekularem Ausgangsmaterial angewendet.

Bei der Festphasenpolykondensation muss das Ausgangsmaterial in fester Form als Granulat oder gesäubertes Mahlgut mit ausreichendem Schüttgewicht vorliegen. PET in anderen Formen wie zum Beispiel Fasern oder Folien muss, um der Festphasenkondensation unterzogen werden zu



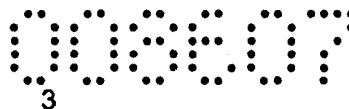
können, über einen materialschädigenden und energieaufwändigen Extrusionsprozess in Granulatform gebracht werden. Zur weiteren Verarbeitung muss das Ausgangsmaterial erwärmt werden, wobei es bei der Kristallisationstemperatur (80°C - 120°C) zu einem Verkleben der Granulatkörner kommt. Um dies zu verhindern wird das Material zunächst einen sog. Kristallisator zugeführt, in dem es unter ständigem Rühren über die sog. Kristallisationstemperatur erwärmt wird. Das nun rieselfähige Material kann dann dem Festphasenkondensationsbehälter zugeführt werden, wo es weiter auf ca. 190°C bis 250°C erwärmt wird und mehrere Stunden unter Vakuum oder Inertgas verweilt, bis die gewünschte Grenzviskosität erreicht wird. Diese Prozesse werden diskontinuierlich, semi-kontinuierlich und kontinuierlich ausgeführt.

Bei den bestehenden Verfahren der Schmelzpolykondensation verweilt Polyesterschmelze bei Temperaturen um ca. 265°C bis 300°C und unter starkem Vakuum von ca. 1 mbar für oftmals mehrere Stunden, um die gewünschte Grenzviskosität zu erreichen. Diese Verfahren finden hauptsächlich in der Herstellung von Neuware Anwendung und sind für das Recycling von Polyester nicht geeignet.

Ziel des Kunststoffrecyclings im Sinne von werkstofflicher Verwertung ist im weitesten Sinne die Erzeugung eines neuen Produktes aus vorliegenden Abfallstoffen. In Bezug auf Thermoplaste im Allgemeinen findet dabei zumeist eine Umformung zu Rezyclaten und in Folge eine weitere Umformung zum finalen Produkt statt. Jede Umformung ist in der Regel mit einem Aufheiz- und Abkühlvorgang verbunden. Jede Aufheizung bewirkt bei vielen Kunststoffen eine irreversible Schädigung des Polymers ebenso bedeuten dieses Aufwärm- und Abkühlvorgänge hohen Energieeinsatz welcher zugleich zu einem minderwertigerem Polymer führt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen energiesparenden Prozess im Zuge der Wiederaufbereitung von Polykondensaten wie Polyester bereit zu stellen, durch welchen die Qualität des Polykondensats verbessert werden kann und somit das Herstellen von hochwertigen Polymeren aus niedrigmolekularen Abfallstoffen erlaubt.

Gelöst wird diese Aufgabe bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch, dass die Schmelze durch eine Lochplatte oder ein Sieb mit mehreren Öffnungen mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm in eine Kammer



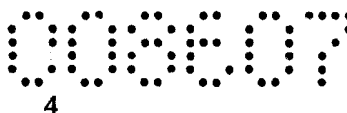
eintritt, in der ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht, dass die Schmelze diese Kammer in dünnen Fäden im freien Fall passiert, dass die Schmelze in einem Sammelbehälter unterhalb der Kammer für wenigstens einer Minute verweilt und dass die Schmelze im Sammelbehälter von einem vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil ständig bewegt und aus dem Sammelbehälter ausgetragen wird.

Bei einer Vorrichtung der eingangs genannten Art wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass eine Lochplatte oder ein Sieb mit mehreren Öffnungen mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm über der Kammer angeordnet ist, dass in der Kammer ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht und dass unter der Kammer ein Sammelbehälter mit einem ein vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil angeordnet ist.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren und der erfindungsgemäßen Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität (intrinsische Viskosität (iV)) von Polykondensaten mittels Schmelze-Polykondensation wird also die Schmelze über eine Lochplatte oder ein Lochsieb in eine Reaktionskammer, welche unter Unterdruck steht oder mit einem Inertgas gefüllt ist, eingebracht und dort für eine bestimmte Zeit verweilen gelassen, bis die Schmelze eine gewünschte Grenzviskosität aufweist, und anschließend z.B. über eine Lochplatte oder ein formgebendes Kunststoffwerkzeug ausgetragen wird.

Eine Erhöhung des Molekulargewichtes wird durch Parameter wie Temperatur, Vakuumdruck, Verweilzeit sowie die Schmelzeoberfläche und deren ständiger Erneuerung beeinflusst. Um diese Reaktion so wirtschaftlich wie möglich zu gestalten ist eine optimale verfahrenstechnische Lösung mit dem richtigen Zusammenspiel der Einflussgrößen von Bedeutung.

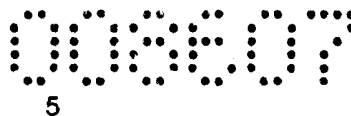
Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren und der erfindungsgemäßen Vorrichtung können jedoch nicht nur Verunreinigungen wie Wasser sondern auch andere Verunreinigungen, wie z.B. Lösungsmittel, Reinigungsmittel bzw. ganz allgemein Feuchtigkeit und ausdampfende Bestandteile und/oder Luft, die bei der Herstellung oder dem Recycling von Kunststoffmaterialien auftreten, von der Kunststoffschmelze abgetrennt werden.



Die Vorteile der Erfindung werden nachfolgend beispielhaft mit Bezug auf das Recycling von PET beschrieben, wobei dies aber nicht als Beschränkung der Erfindung auf Recycling und/oder auf PET bzw. auf die konkret beschriebene Konstruktion der Vorrichtung verstanden werden soll.

PET-Materialien werden beim Recycling zunächst wie aus dem Stand der Technik bekannt zerkleinert, ggf. gereinigt, aufgeschmolzen, entgast und gefiltert. Nach der Filtration wird die Schmelze über eine temperaturgeregelte Schmelzeleitung erfindungsgemäß z.B. zu einer Lochplatte gefördert. Durch die Einstellung der optimalen Temperatur und durch den sich aufbauenden Druck wird die Schmelze durch die Lochplatte gedrückt. In der Lochplatte befindet sich abhängig vom Durchsatz eine unterschiedliche Anzahl an kleinen Löchern. Diese haben bei PET einen Durchmesser von z.B. 0,3 mm. Die Lochplatte könnte aber beispielsweise auch als Sieb, Gitter oder dergleichen ausgeführt werden. Besonders gute Ergebnisse werden bei einem Durchmesser der Öffnungen kleiner 0,5 mm, vorzugsweise zwischen 0,05 und 0,5 mm, besonders bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm erzielt, je nach gewünschtem Durchsatz und Ergebnis. Bei nicht runden Löchern entspricht deren Fläche der Fläche von Löchern mit den vorstehend genannten Durchmessern.

Nach der Lochplatte gelangen die Fäden, welche sich durch die Schwerkraft noch weiter verdünnen, in eine unter Unterdruck, vorzugsweise Vakuum, stehende Kammer. Die Kammer kann auch mit getrocknetem Gas gefüllt sein oder mit getrocknetem Gas durchspült werden. Je nach gewünschter Grenzviskosität kann das Vakuum in der Kammer höher oder geringer gewählt werden. Bevorzugt wird mit einem Druck zwischen 0,5 und 20 mbar gearbeitet, da sich bei diesen Drücken einerseits gute Ergebnisse erzielen lassen, diese Drücke andererseits mit handelsüblichen Vakuumpumpen erzeugt werden können. In dieser Kammer findet die Reaktion statt. Das Wasser diffundiert durch das Vakuum vom Inneren der Schmelze an die Oberfläche. Durch das Vakuum und die Temperatur wird das Wasser in Wasserdampf umgewandelt bzw. können Lösungsmittel oder dergleichen verdampfen und/oder Luft aus der Schmelze entweichen und dann aus der Kammer abgeführt werden. Wird die erfindungsgemäße Vorrichtung beispielsweise einem Extruder nachgeschaltet, können die verkürzten Molekularketten wieder verlängert werden. Die resultierende Kunststoffqualität kann durch



geeignete Auslegung der Vorrichtung und des Verfahrens beeinflusst werden.

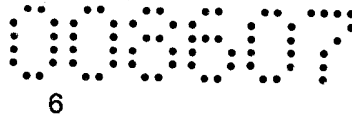
Beispielsweise kann die erfindungsgemäße Vorrichtung für die Bearbeitung von PET so ausgelegt werden, dass eine Lochplatte mit 3000 Löchern mit je 0,3 mm Durchmesser und eine freie Fallhöhe von 2 Metern in der Kammer bei einem Unterdruck von 3 mbar verwendet wird. Dies ergibt durch die Einwirkung der Schwerkraft und des Vakuums einen Schmelzefadendurchmesser von ca. 0,2 mm, der zu einer sehr guten Reinigung bzw. Entgasung der Schmelze führt.

Es versteht sich, dass je nach gewünschtem Durchsatz mehr oder weniger als 3000 Löcher, vorzugsweise zwischen 1000 und 5000 Löchern, beispielsweise 2000 oder 4000 Löcher je Lochplatte oder Sieb verwendet werden können. Auch können größere oder kleiner Höhen als 2 Meter verwendet werden. Bevorzugt sind Höhen von 1,5 m bis 4 m, insbesondere Höhen von 2m, 2,5 m, 3 m oder 3,5 m.

Die Schmelze fällt in Form von dünnen Schmelzefäden durch die Kammer nach unten und Verunreinigungen wie Wasser diffundieren an die Oberfläche und verdampfen durch die Temperatur und den Unterdruck. Durch die ungehinderte vertikale Bewegung der dünnen Schmelzefäden in der Kammer nach unten erfolgt eine sehr starke Vergrößerung der aktiven Schmelzeoberfläche.

Durch die Entfernung von Wasser aus der PET-Schmelze verbinden sich die kurzen Molekülketten zu längeren Ketten, was ein Ansteigen des Molekulargewichtes und somit eine Erhöhung der Grenzviskosität bewirkt.

Am unteren Ende der Kammer sammelt sich die Schmelze in einem Sammelbehälter und wird z.B. durch einen Austragsextruder nach einer Verweildauer von vorzugsweise mindestens einer Minute, vorzugsweise von mindestens drei oder vier Minuten, zu einer Vorrichtung zum Granulieren, einem formgebenden Werkzeug oder in eine weitere gleich oder ähnlich aufgebaute Kammer weitergeleitet, wobei am Ende der ersten oder am Anfang der nächsten Kammer oder irgendwo auf dem Weg zwischen diesen beiden Kammern eine Heizeinrichtung angeordnet sein kann, mit welcher der Kunststoff auf seiner Schmelzetemperatur, also einer Temperatur, in welcher der Kunststoff plastisch fließt, gehalten



werden kann.

Das erfindungsgemäße Verfahren und die erfindungsgemäße Vorrichtung können auf einfache Weise individuell nach Kundenwünschen angepasst und gefertigt bzw. ausgeführt werden, wobei auch vorhandene Anlagen zur Herstellung oder zum Recycling von Kunststoffen aufgerüstet oder ergänzt werden können.

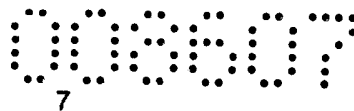
Weitere bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind Gegenstand der übrigen Unteransprüche.

Weitere Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele der Erfindung unter Bezugnahme auf die angeschlossenen Zeichnungen. Es zeigt:

- Fig. 1 eine Anlage für das Recycling von Kunststoff mit einer erfindungsgemäßen Vorrichtung im Aufriss,
- Fig. 2 die Anlage von Fig. 1 in Draufsicht,
- Fig. 3 einen erfindungsgemäßen Behälter im Schnitt
- Fig. 4 einen Schnitt durch den Behälter von Fig. 3 entlang der Linie IV-IV,
- Fig. 5 ein Diagramm, das den Einfluss der Verweilzeit im Reaktor auf den iV -Wert zeigt, und
- Fig. 6 eine alternative Ausführungsform eines schneckenförmigen Misch- und Austragsteiles.

In Fig. 1 und 2 ist beispielhaft eine Recyclinganlage dargestellt, die in der mit 1 bezeichneten Baugruppe eine Vorrichtung zum Zerkleinern und Extrudieren von Polykondensaten, beispielsweise Fasern, Folien, Tiefziehfolien aus PET oder anderen Polykondensaten, aufweist. Diese Baugruppe kann wie aus dem Stand der Technik bekannt aufgebaut sein und ist nicht Gegenstand der vorliegenden Erfindung. Die Recyclinganlage wird beispielhaft für das Recycling von PET beschrieben ist aber nicht auf diesen Kunststoff beschränkt.

Beispielsweise kann PET Recyclingware oder auch PET Neuwarengranulat je nach Bedarf durch ein Beschickungssystem (Einwellenzerkleinerer, Schneidverdichter, Silo, Dosierung für Granulat etc.) einem Extruder zugeführt werden. Je nach Beschickungssystem wird das Ausgangsmaterial



(Fasern, Anfahrtsklumpen, Flaschenmahlgut, Folien, Granulat etc.) durch einen Einwellenzerkleinerer oder Schneidverdichter zerkleinert, verdichtet und optional oberflächenentfeuchtet oder das Granulat durch das Dosiersystem dem Extruder zugeführt.

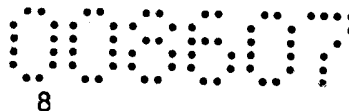
Es hat sich als sehr vorteilhaft erwiesen wenn der oben angeführte Extruder mit einer aus dem Stand der Technik bekannten

Entgasungseinrichtung ausgestattet ist. Da das im nicht vorgetrockneten PET gebundene Wasser bei der Extrusion hydrolytischen Abbau verursacht ist es notwendig das PET zu entfuchten sobald es den Schmelzestand erreicht. Die während des Aufschmelzvorganges bereits stattgefunden Verringerung der Grenzviskosität durch Hydrolyse kann zwar nicht mehr kompensiert werden, jedoch kann durch das Entfernen noch vorhandenen Wassers aus der Schmelze ein weiterer iV-Abbau weitgehend verhindert werden. Noch vorteilhafter ist es wenn unmittelbar nach der Entgasungseinrichtung des Extruders eine weitere Entgasungseinrichtung angeordnet ist und wenn an den Entgasungszonen ein Unterdruck von 2 bis 5 mbar herrscht. Im Anschluss an die Extrusion folgt eine Filtriereinheit, welche die PET-Schmelze auf die notwendige Reinheit und Homogenität filtert.

Der zur Beschickung des nun folgenden Schmelzereaktors notwendige Schmelzedruck wird durch den Aufschmelzextruder oder durch eine Schmelzepumpe 9, welche nach der Filtriereinheit angeordnet sein kann, aufgebracht.

Die vorstehend beschriebenen Komponenten der Anlage sind für die Erfindung nicht unbedingt notwendig, wenngleich sie die Wirkung des erfindungsgemäßen Verfahrens und der erfindungsgemäßen Vorrichtung positiv beeinflussen.

An den Ausgang 2 des Extruders bzw. die Filtriereinheit, einen Siebwechsler 8 mit einem Sieb und die Schmelzepumpe 9 ist eine erfindungsgemäße Vorrichtung 3 zum Entfernen von Verunreinigungen aus der vom Extruder kommenden Schmelze über eine Zufuhr- bzw. Schmelzeleitung 4 angeschlossen. Die Schmelzeleitung 4, führt je nach Anlage, Anforderungen oder räumlichen Gegebenheiten entweder waagrecht direkt zu einem oder mehreren Behältern 5 oder zuerst senkrecht entlang eines Behälters 5 nach oben.



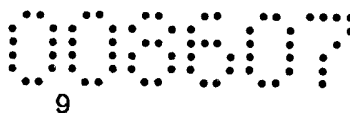
Die Vorrichtung 3 besteht im dargestellten Ausführungsbeispiel aus insgesamt zwei Behältern 5, die parallel nebeneinander angeordnet sind. Von der Zufuhrleitung 4 führt eine Verteilerleitung 6, 7 zu jeweils einem Behälter 5. Nach den beiden Behältern 5 führt eine Sammelleitung 10 zu einer Granuliertvorrichtung 12. Die Granuliertvorrichtung 12 kann wiederum wie aus dem Stand der Technik bekannt aufgebaut sein und ist nicht Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

Die Behälter 5 sind beispielsweise wie in Fig. 3 dargestellt aufgebaut und bestehen aus einem vorzugsweise zylindrischen Rohr 13. Durch variieren der Länge des zylindrischen Rohres 13 können auf einfache Weise unterschiedliche Fallhöhen im Behälter 5 hergestellt werden. Am oberen Ende des Rohres 13 ist ein Kopfteil 14 angebracht und am unteren Ende des Rohres 13 ein Fußteil 15 mit einem eine Reaktionskammer bildenden Sammelbehälter 19.

Im Kopfteil 14 ist im Anschlussbereich zum Rohr 13 eine Lochplatte oder ein Sieb 16 mit einer Vielzahl von Öffnungen 26 angeordnet. In Strömungsrichtung vor der Lochplatte oder dem Sieb 16 befindet sich ein Verteilerraum 17, der über eine Anschlussöffnung 18 mit einer der Verteilerleitungen 6 oder 7 verbunden ist. Im Verteilerraum 17 kann vor der Lochplatte oder dem Sieb 16 ein nicht dargestelltes Druckverteilersieb eingebaut sein, um den Druck möglichst gleichmäßig auf die gesamte Lochplatte bzw. das Sieb 16 zu verteilen.

Die Schmelze, z.B. PET-Schmelze, wird mittels des erzeugten Drucks des Extruders oder der Schmelzepumpe 9 durch die Lochplatte oder das Sieb 16 gedrückt. Wenn die Schmelze durch die Lochplatte oder das Sieb 16 gepresst wird, fallen die dünnen Schmelzefäden frei und ohne Kontakt zur Wand der in den Rohren 13 gebildeten Kammer 25 durch die Schwerkraft nach unten. Die Lochplatte oder das Sieb 16 umfasst je nach Durchsatz eine unterschiedliche Anzahl an kleinen Öffnungen. Bei einem Lochdurchmesser von etwa 300 µm und einem Massedurchsatz von rund 70kg/h sind beispielsweise ca. 2000 Löcher notwendig, um gute Ergebnisse erzielen zu können.

Durch die Länge des Behälters 5 und insbesondere des Sammelbehälters 19 kann die Verweildauer der Schmelze in der Kammer 25 beeinflusst werden, wobei auch der Durchmesser der dünnen Schmelzefäden, welche



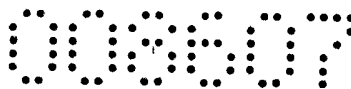
sich durch die Schwerkraft noch weiter verdünnen, und somit deren Gewicht die Verweildauer beeinflusst, ebenso wie die Temperatur, welche die Viskosität der Schmelze beeinflusst. Je höher die Temperatur ist, um so schneller erfolgt in der Regel die Polykondensation. Bei PET liegt die ideale Temperatur im Sammelbehälter 19 beispielsweise bei bevorzugt zwischen 270° und 300°C. Durch die parallele Anordnung von Behältern 5 kann der ~~Durchsatz der erfindungsgemäßen Vorrichtung verändert werden.~~ Die Qualität der Polykondensation und auch Reinigung der Schmelze kann beispielsweise auch durch zwei oder mehr hintereinander geschaltete Behälter 5 verbessert werden.

Durch die hohe Anzahl an kleinen Löchern erreicht man ein sehr hohes Oberflächen- zu Volumen-Verhältnis der Schmelze. Durch die Schwerkraft dünnen die Schmelzefäden je nach Höhe des Behälters 5 noch weiter aus, wodurch sich das Oberflächen- zu Volumen-Verhältnis nochmals maßgeblich erhöht. In einem perfekten Zusammenspiel mit der großen Schmelzeoberfläche, der Verweilzeit, der hohen Temperatur sowie des Vakuums gelingt nicht nur eine hervorragende Reinigung der Schmelze sondern auch eine Polykondensationsreaktion der Schmelze. Durch das Einwirken von Temperatur und Vakuum ziehen sich die Fäden im Schmelzezustand einzeln bis zum Sammelbehälter 19 des Behälters 5 nach unten.

Durch das hohe Oberflächen- zu Volumen-Verhältnis der Schmelze, des hohen Vakuums und der hohen Temperatur im Reaktor können z.B. Wassermoleküle, andere Reaktionsprodukte oder flüchtige Stoffe binnen kurzer Zeit an die Oberfläche der Schmelzefäden diffundieren. Im gasförmigen Zustand können diese Stoffe durch das angelegte Vakuum am Reaktor rasch entfernt werden.

Bei der dabei stattfindenden Polykondensations-Reaktion verlängern sich unter Abspaltung von Reaktionsprodukten die Molekülketten, was zu einer Erhöhung der Grenzviskosität führt.

Da die Fallzeit der Schmelzefäden in der Kammer 25 für eine ausreichend hohe Polykondensation möglicherweise nicht ausreichend ist, werden die Fäden im Sammelbehälter 19, der sich im Fußteil 15 befindet, wieder zu einem Schmelzbad zusammengeführt. Im Schmelzbad befindet sich ein von einem Motor 28 angetriebenes schneckenförmiges,



10

Misch- und Austragselement, z.B. ein Austragsextruder 27, welcher vorzugsweise so ausgelegt ist, dass neben der Förderwirkung und dem Druckaufbau für die Weiterverarbeitung eine gute Mischwirkung durch eine mehrmalige Oberflächenerneuerung der Schmelze stattfinden kann. Anstelle eines Austragsextruders kann auch eine Austragschnecke oder dergleichen vorgesehen sein. Da die Schmelze ständig in Bewegung ist, wird ein thermischer Abbau der Schmelze auf ein Minimum reduziert.

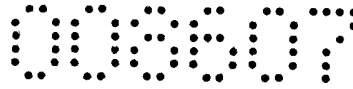
Vom Austragsextruder 27 wird die Schmelze zur Sammelleitung 10 gepumpt. Mit einer anschließenden Stranggranulierung 12 kann die Schmelze zu hochqualitativen Granulat verarbeitet werden. Mittels eines Folgewerkzeuges nach dem Austragsextruder 27 kann auch ohne weiteres gleich Produkte wie Umreifungsbänder, Fasern, Folien usw. aus Recycling-PET erzeugt werden. Eine solche Anwendung würde den großen Vorteil mit sich bringen, dass das Recycling-PET ohne Vortrocknung und ohne SSP (solid state Polymerisation) durch einmaliges Aufschmelzen direkt zu hochwertigen Produkten verarbeitet werden kann.

Der Kopfteil 14 und der Fußteil 15 sind mit dem Rohr 13 verbunden, z.B. verschraubt. Am Rohr 13 befinden sich des Weiteren Anschlüsse 22 zu einer nicht dargestellten Vakuumpumpe sowie allenfalls noch Montage- oder Serviceöffnungen 23 und/oder Schaugläser 24.

An Stelle einer Vakuumpumpe können an die Anschlüsse auch Leitungen zum kontinuierlichen oder intermittierenden Zu- und Abführen von gegebenenfalls inertem, getrocknetem Gas angeschlossen werden, um die abgetrennten Verunreinigungen abzuführen.

In Versuchen wurde festgestellt, dass Polykondensation bei PET bei einem Unterdruck von 0,5 bis 5 mbar und einer Temperatur von vorzugsweise 270° bis 300°C am raschesten vor sich geht. In jedem Fall sollte der Unterdruck kleiner 20 mbar sein. Da der Unterdruck die Grenzviskosität der erzeugten PET Schmelze sehr stark beeinflusst, kann über eine nach dem Austragsextruder 27 angeordnete Einrichtung 11 zur In-Line Viskositätsmessung sehr einfach und rasch eine Regelung der Grenzviskosität durch Verändern des Unterdruckes hergestellt werden.

Durch die besondere Gestaltung des Fußteils 15 kann die Verweilzeit der Schmelze unter Vakuum über den Füllstand im Sammelbehälter 19



11

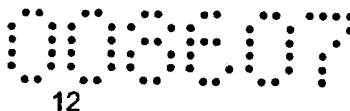
beeinflusst werden. Längere Verweilzeiten bewirken ein größeres Polymerkettenwachstum und somit eine weitere Erhöhung der Grenzviskosität.

Der Füllstand des Schmelzbades im Sammelbehälter 19 wird durch einen geeigneten Sensor, welcher wiederum den Austragsextruder 27 steuert, geregelt. Die an den dünnen Schmelzefäden durch Hochvakuum und ~~Temperatur~~ ~~begonnene Polykondensation wird in der Folge im Schmelzebad~~ durch Verweilen und in Bewegung halten der Schmelze durch das Misch- und Austragsteil 27 fortgesetzt. Die Höhe des Schmelzebades kann je nach Anforderung so groß sein, dass der Austragsextruder 27 vollständig oder nur zum Teil von Schmelze bedeckt ist. Es ist jedoch vorteilhaft, wenn das schneckenförmige Misch- und Austragselement 27 nicht vollständig mit Schmelze bedeckt ist, wenn durch die Drehbewegung des Austragselements die Schmelze immer wieder aufgerissen und die Oberfläche erneuert werden soll.

Über die nach dem Austragsextruder 27 befindliche Einrichtung zur In-Line Viskositätsmessung 11 kann wie oben beschrieben über den entsprechenden Füllstand im Sammelbehälter 19 und die daraus resultierende Verweilzeit die gewünschte Grenzviskosität eingestellt bzw. geregelt werden.

Versuche haben gezeigt, dass die Kombination von Schmelzefäden und Schmelzebad eine äußerst effiziente Polykondensation bewirkt und somit schon bei vergleichsweise sehr kurzen Verweilzeiten substantielle Erhöhungen der Grenzviskosität möglich sind.

In Fig. 5 ist der Einfluss der Verweilzeit im Behälter 5 auf den iV-Wert dargestellt. Bei geringeren oder höheren iV-Ausgangswerten ist eine vergleichbare Verbesserung gegeben. Es ist zu erkennen, dass ab einer Verweilzeit von ca. 1 Minute bereits eine Erhöhung der Grenzviskosität eintritt. Substantielle Verbesserungen werden bereits nach wenigen Minuten, insbesondere ab drei oder vier Minuten, erreicht. Je nach gewünschtem Ergebnis bzw. Verbesserung der iV sind Verweilzeiten von sechs, acht, zehn oder mehr Minuten bis hin zu 12, vierzehn oder 16 Minuten denkbar bzw. vorteilhaft. Im Vergleich dazu arbeiten bekannte Schmelzereaktoren mit Verweilzeiten von 30 min bis mehreren Stunden um ähnliche Ergebnisse zu erzielen.

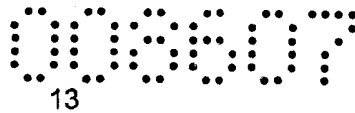


Durch besondere Ausgestaltung des schneckenförmigen Misch- und Austragsteiles 27 im Sammelbehälter 19 kann der Reaktionsprozess noch weiter optimiert werden.

So führt ein geringer Kerndurchmesser der Welle 29 in Bezug auf den Gesamtdurchmesser sowie ein speziell ausgeführter Schneckengang, beispielsweise mit Löchern oder Ausnehmungen 31 an den Stegen 30 im ~~Bereich der Kammer 19 zu einer erhöhten Oberfläche und somit~~ Oberflächenenerneuerung der PET-Schmelze. Dadurch wird der Diffusionsvorgang für den Abtransport der Abspaltprodukte (z.B. Wasser) wesentlich erleichtert und somit der Polymerisationsvorgang beschleunigt.

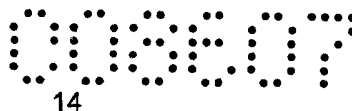
Durch die Erfindung können einzelne oder alle der folgenden Vorteile erzielt werden:

- Wiederaufbereiten von verschiedensten Eingangsmaterialien (Fasern, Folien, Flaschenmahlgut, Umreifungsbänder, Anfahrkuchen usw.);
- Neben Granulat kann durch das Verwenden formgebender Werkzeuge auch direkt ein qualitativ hochwertiges Kunststoffprodukt hergestellt werden;
- Einstellbare Grenzviskosität für z.B. Polyester;
- Grenzviskosität und Reinheit des Ausgangsproduktes kann höher sein als jene des Eingangsproduktes („Upcycling“);
- Kein Kristallisieren und Vortrocknen von Polyester-Eingangsmaterial erforderlich;
- Keine Nachbehandlung von Polyestermaterial durch SSP notwendig;
- Relativ niedrige Anlagenkosten;
- Sehr kurze Behandlungszeit für das Material;
- Hohe Energieeffizienz des Gesamtprozesses bezogen auf Ausgangsmaterial-Qualität gegenüber bekannten Prozessen, da nur eine einmalige Aufheizung erforderlich ist;
- Vorhandene Recyclinganlagen können ohne große Veränderungen weiter verwendet und mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung nachgerüstet werden.

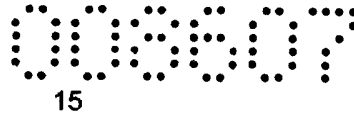


Ansprüche:

1. Verfahren zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze unter Unterdruck, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze durch eine Lochplatte oder ein Sieb (16) mit mehreren Öffnungen (26) mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm in eine Kammer (25) eintritt, in der ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht, dass die Schmelze diese Kammer (25) in dünnen Fäden im freien Fall passiert, dass die Schmelze in einem Sammelbehälter (19) unterhalb der Kammer (25) für wenigstens eine Minute verweilt und dass die Schmelze im Sammelbehälter (19) von einem vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) ständig bewegt und aus dem Sammelbehälter (19) ausgetragen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (25) unter einem Unterdruck kleiner 10 mbar, besonders bevorzugt zwischen 0,5 mbar und 5 mbar, steht.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich in der Kammer (25) ein getrocknetes Gas befindet.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze durch Öffnungen (26) mit einem Durchmesser zwischen 0,05 und 0,5 mm, insbesondere bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm, in die Kammer (25) eintritt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit der Schmelze im Sammelbehälter (19) wenigstens 1 bis 2 Minuten, vorzugsweise wenigstens 4 Minuten, beträgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze nacheinander wenigstens zwei Kammern (25) passiert.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze zwischen zwei Kammern (25) durch eine Temperiereinrichtung auf der erforderlichen Schmelzetemperatur gehalten wird.



8. Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze, mit einer unter Unterdruck stehenden Kammer (25) mit wenigstens einer Öffnung (26), durch welche die Schmelze in die Kammer (25) eintritt, welche die Schmelze ohne Kontakt zur Kammerwand passieren kann, dadurch gekennzeichnet, dass eine Lochplatte oder ein Sieb (16) mit mehreren Öffnungen (26) mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm über der Kammer (25) ~~angeordnet ist, dass in der Kammer (25) ein Unterdruck kleiner 20~~ mbar herrscht und dass unter der Kammer (25) ein Sammelbehälter (19) mit einem ein vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) angeordnet ist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (25) unter einem Unterdruck kleiner 10 mbar, besonders bevorzugt zwischen 0,5 mbar und 5 mbar, steht.
10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Durchmesser der Öffnungen (26) zwischen 0,05 und 0,5 mm, bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm, liegt.
11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass bei nicht runden Öffnungen deren Fläche der Fläche von runden Öffnungen mit einem Durchmesser zwischen 0,05 und 0,5 mm, bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm, entspricht.
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass zwei Kammern (25) in Serie hintereinander angeordnet sind.
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, gekennzeichnet durch eine Heizeinrichtung zwischen den beiden Kammern (25).
14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass das vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) im Sammelbehälter (19) nicht vollständig von Schmelze bedeckt ist.
15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass zwei oder mehr Öffnungen (26) oder ein Sieb (16) oder eine Lochplatte vorgesehen sind und dass in



Strömungsrichtung vor den Öffnungen (26) oder dem Sieb (16) oder der Lochplatte ein Verteilerraum (17) angeordnet ist.

000007^{1/3}

Fig. 1

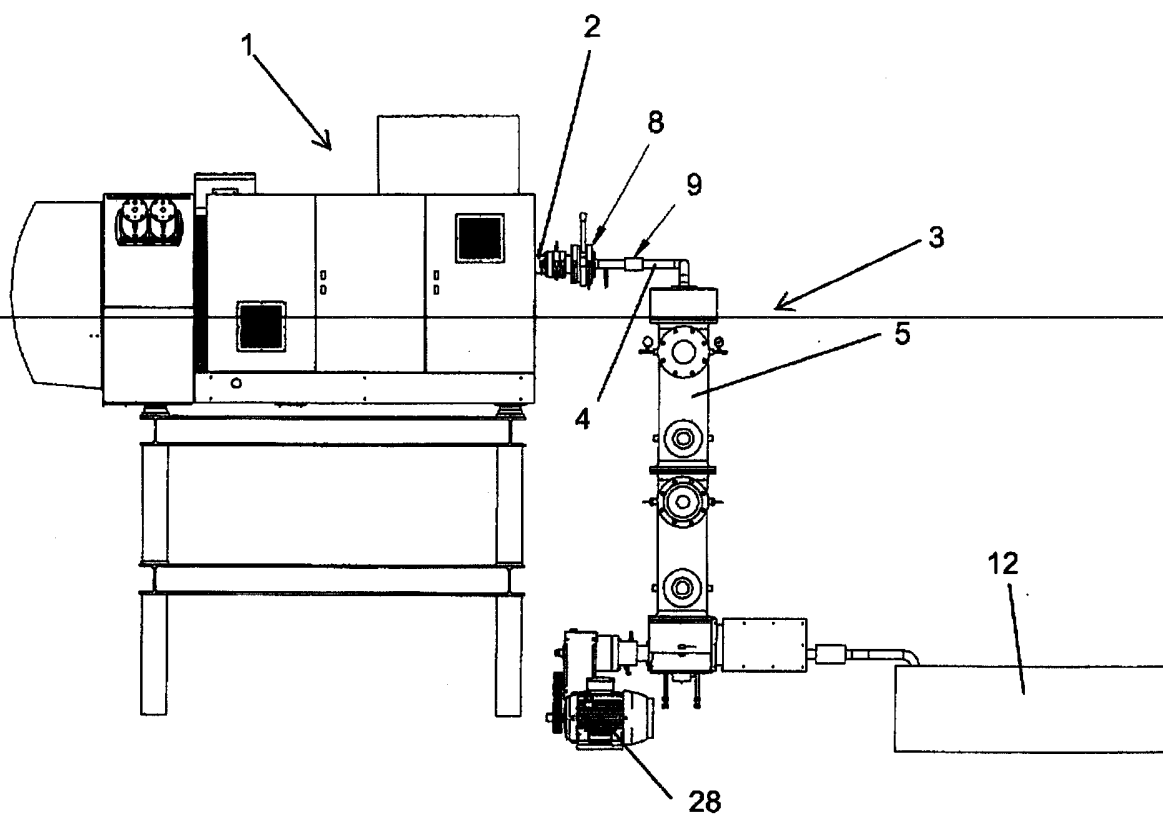
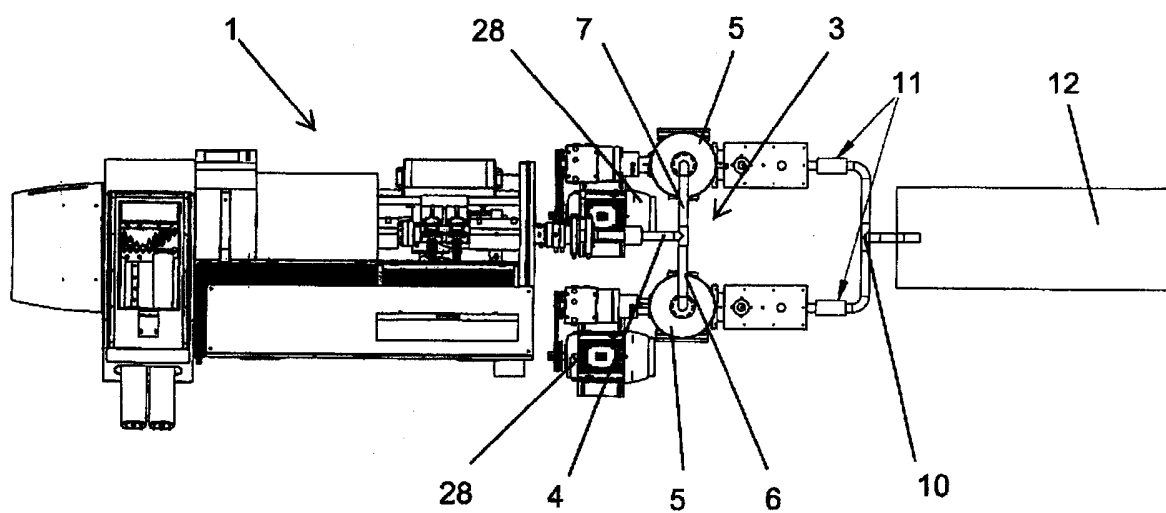


Fig. 2



000007
2/3

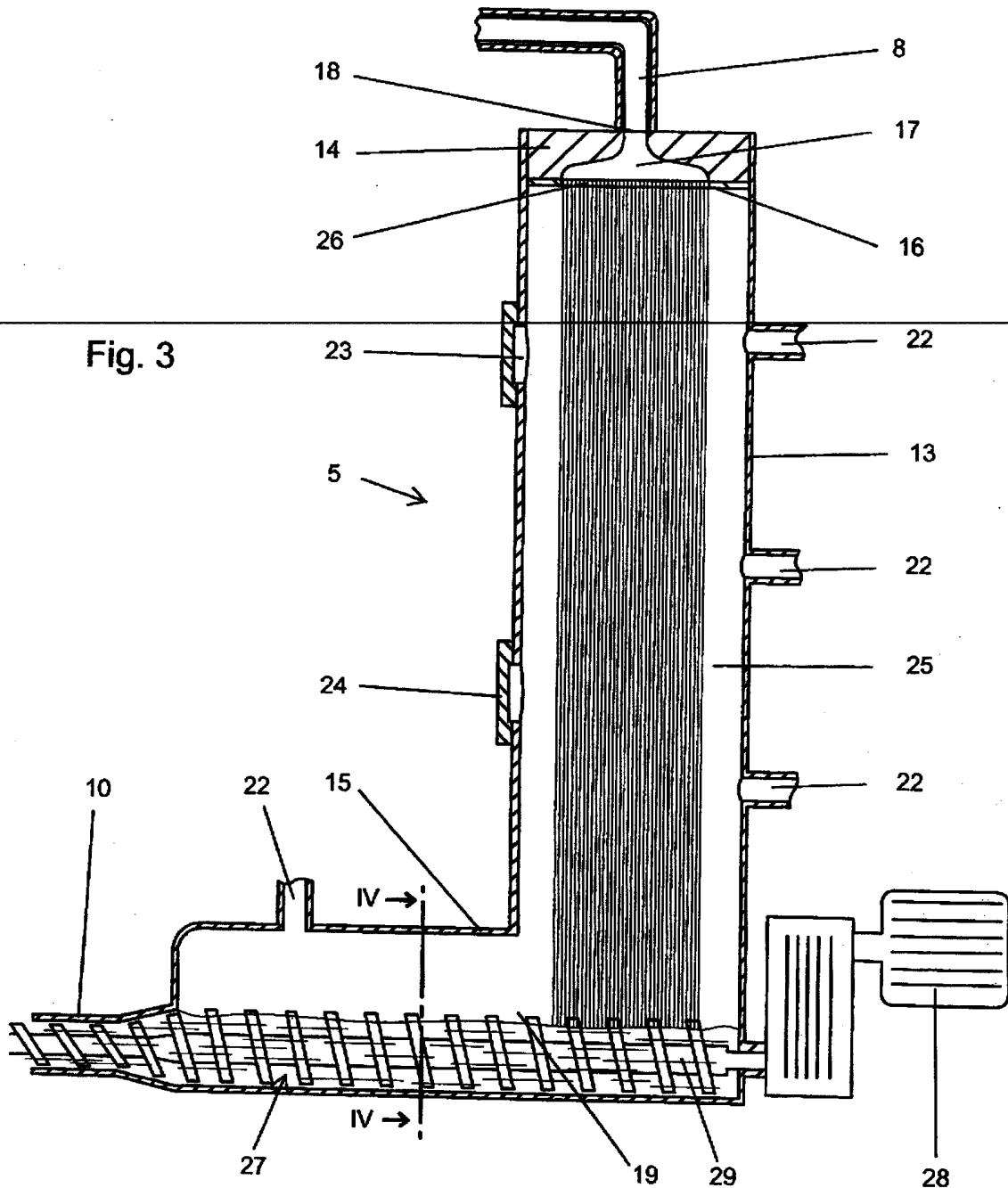


Fig. 3

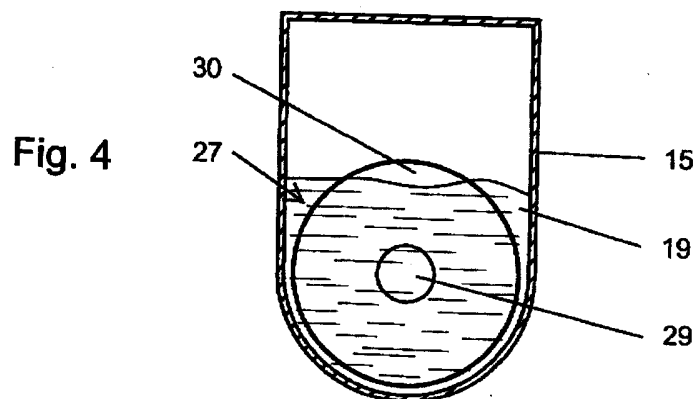


Fig. 4

373. 000007

Fig. 5

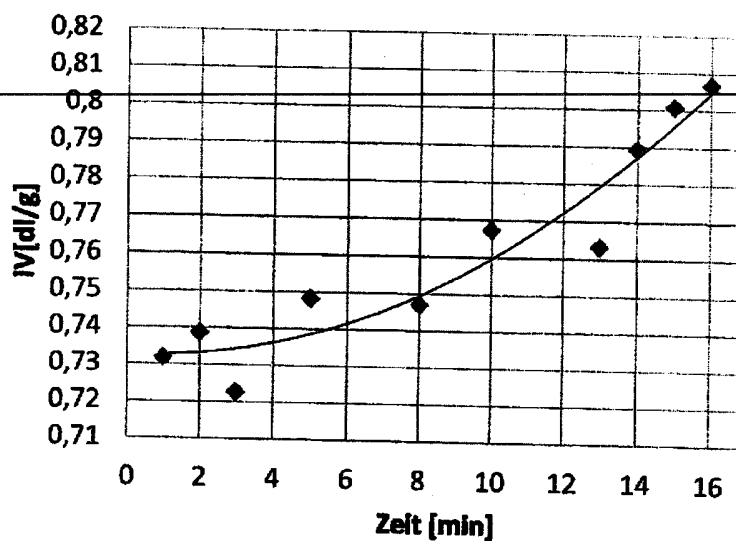
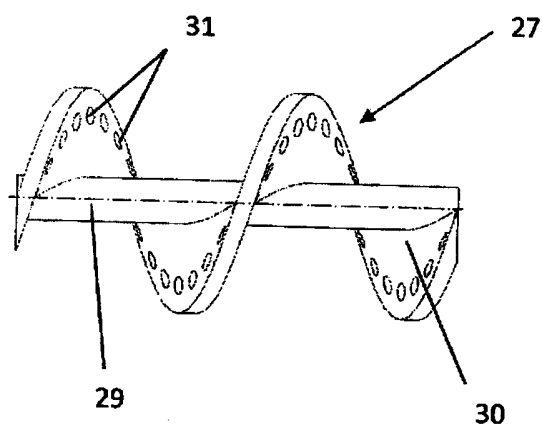
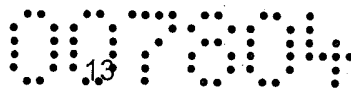


Fig. 6

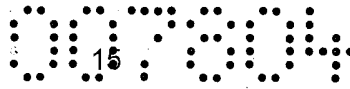




Neue Patentansprüche:

1. Verfahren zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze unter Unterdruck, bei dem die Schmelze durch eine Lochplatte oder ein Sieb (16) mit mehreren Öffnungen (26) mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm in eine Kammer (25) eintritt, in der ein Unterdruck herrscht, bei dem die Schmelze diese Kammer (25) in dünnen Fäden im freien Fall passiert und bei dem die Schmelze in einem Sammelbehälter (19) unterhalb der Kammer (25) verweilt, dadurch gekennzeichnet, dass in der Kammer (25) ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht, dass die Schmelze im Sammelbehälter (19) für wenigstens eine Minute verweilt, dass die Schmelze im Sammelbehälter (19) von einem vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) ständig bewegt wird, während das Misch- und Austragsteil (27) im Sammelbehälter (19) nicht vollständig von der Schmelze bedeckt ist, und dass die Schmelze im Sammelbehälter (19) vom Misch- und Austragsteil (27) aus dem Sammelbehälter (19) ausgetragen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (25) unter einem Unterdruck kleiner 10 mbar, besonders bevorzugt zwischen 0,5 mbar und 5 mbar, steht.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich in der Kammer (25) ein getrocknetes Gas befindet.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze durch Öffnungen (26) mit einem Durchmesser zwischen 0,05 und 0,5 mm, insbesondere bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm, in die Kammer (25) eintritt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit der Schmelze im Sammelbehälter (19) wenigstens 1 bis 2 Minuten, vorzugsweise wenigstens 4 Minuten, beträgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze nacheinander wenigstens zwei Kammern (25) passiert.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze zwischen zwei Kammern (25) durch eine Temperiereinrichtung auf der erforderlichen Schmelzetemperatur gehalten wird.
8. Vorrichtung zum Erhöhen der Grenzviskosität einer Polykondensatschmelze, mit einer unter Unterdruck stehenden Kammer (25) mit wenigstens einer Öffnung (26), durch welche die Schmelze in die Kammer (25) eintritt, welche die Schmelze ohne Kontakt zur Kammerwand passieren kann, wobei eine Lochplatte oder ein Sieb (16) mit mehreren Öffnungen (26) mit einem Durchmesser kleiner 0,5 mm über der Kammer (25) angeordnet ist, wobei in der Kammer (25) ein Unterdruck herrscht und wobei unter der Kammer (25) ein Sammelbehälter (19) angeordnet ist, dadurch gekennzeichnet, dass in der Kammer (25) ein Unterdruck kleiner 20 mbar herrscht, dass im Sammelbehälter (19) ein vorzugsweise schneckenförmiges Misch- und Austragsteil (27) angeordnet ist, und dass das vorzugsweise schneckenförmigen Misch- und Austragsteil (27) im Sammelbehälter (19) nicht vollständig von Schmelze bedeckt ist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (25) unter einem Unterdruck kleiner 10 mbar, besonders bevorzugt zwischen 0,5 mbar und 5 mbar, steht.
10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Durchmesser der Öffnungen (26) zwischen 0,05 und 0,5 mm, bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm, liegt.
11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass bei nicht runden Öffnungen deren Fläche der Fläche von runden Öffnungen mit einem Durchmesser zwischen 0,05 und 0,5 mm, bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 mm, entspricht.
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass zwei Kammern (25) in Serie hintereinander angeordnet sind.
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, gekennzeichnet durch eine Heizeinrichtung zwischen den beiden Kammern (25).



14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass zwei oder mehr Öffnungen (26) oder ein Sieb (16) oder eine Lochplatte vorgesehen sind und dass in Strömungsrichtung vor den Öffnungen (26) oder dem Sieb (16) oder der Lochplatte ein Verteilerraum (17) angeordnet ist.