

PATENTAMT der DDR

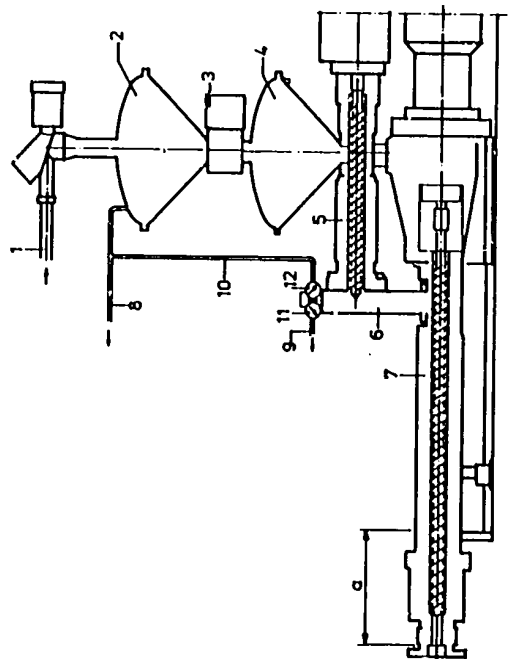
In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	AP B 29 C / 327 392 4	(22)	07.04.89	(44)	11.07.90
(31)	8800904	(32)	08.04.88	(33)	NL

(71)	siehe (73)
(72)	Burlet, Rudolf J. H.; Lemmens, Jozef M. H., NL
(73)	STAMICARBON B. V., 6167 AC Geleen, NL
(74)	Internationales Patentbüro Berlin, Wallstraße 23/24, Berlin, 1020, DD

(54) Verfahren zum Verarbeiten eines thermoplastischen Polykondensationspolymers

(55) Verfahren; Verarbeiten, thermoplastisch; Polykondensationspolymer; Entgasungsextruder; Schnecke; Absaugung; Vakuum
 (57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Verarbeiten eines thermoplastischen Polykondensationspolymers, indem das Polymer in feinverteilterm Zustand einem Entgasungsextruder zugeführt wird, worin das Polymer entgast und geschmolzen wird. Das zu verarbeitende Polymer wird nach der Zuführung in den Extruder über eine beträchtliche Länge der Schnecke unterhalb der Schmelztemperatur des Polymers unter konstanter Absaugung flüchtiger Bestandteile mittels einer Vakuumabsaugeinrichtung bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert, und über den restlichen Teil der Schneckenlänge wird das Polymer komprimiert und aufgeschmolzen, wonach es als Endprodukt oder Halbfertigprodukt den Extruder verläßt.
 Figur



Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zum Verarbeiten eines thermoplastischen Polykondensationspolymers, indem das Polymer in feinverteiltem Zustand einem Entgasungsextruder zugeführt wird, worin das Polymer entgast und geschmolzen wird, und wobei das Verfahren eine Nachkondensation des Polymers umfaßt, **dadurch gekennzeichnet**, daß das zu verarbeitende Polymer nach der Zuführung in den Extruder über eine beträchtliche Länge der Schnecke unterhalb der Schmelztemperatur des Polymers unter konstanter Absaugung flüchtiger Bestandteile mittels einer Vakuumabsaugeinrichtung bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert und das Polymer über den restlichen Teil der Schneckenlänge komprimiert und aufgeschmolzen wird, wonach es als Endprodukt oder Halbfertigprodukt den Extruder verläßt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein erster und ein zweiter Entgasungsextruder eingesetzt werden, wobei im ersten Extruder das Polymer unterhalb der Schmelztemperatur des Polymers unter konstanter Absaugung flüchtiger Bestandteile bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert wird, und daß sodann das Polymer in den zweiten Extruder dosiert wird, worin das Polymer über eine beträchtliche Länge der Schnecke ebenfalls unter konstanter Absaugung flüchtiger Bestandteile bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert und das Polymer über den restlichen Teil der Schneckenlänge des zweiten Extruders komprimiert und aufgeschmolzen wird, und daß es danach als Endprodukt oder Halbfertigprodukt den zweiten Extruder verläßt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Gesamtlänge des Schneckenweges das 20- bis 45fache seines Durchmessers beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Gesamtlänge des Schneckenweges das 25fache seines Durchmessers beträgt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß der restliche Teil der Schneckenlänge, worüber das Polymer komprimiert und aufgeschmolzen wird, gleich dem 1- bis 10fachen des Durchmessers der Schnecke ist.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß der restliche Teil der Schneckenlänge, worüber das Polymer komprimiert und aufgeschmolzen wird, gleich dem 2- bis 6fachen des Durchmessers der Schnecke ist.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß der restliche Teil der Schneckenlänge, worüber das Polymer komprimiert und aufgeschmolzen wird, gleich dem 3- bis 4fachen des Durchmessers der Schnecke ist.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß die konstante Absaugung flüchtiger Bestandteile bei einem Vakuum von weniger als 5 mbar stattfindet.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Entgasungsextruder ein Doppelschneckenextruder verwendet wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das thermoplastische Polykondensationspolymer Polyäthylenterephthalat ist.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß das thermoplastische Polykondensationspolymer von gebrauchten Polyäthylenterephthalat-Flaschen stammt, die in feinverteilte Form gebracht worden sind.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß das zugeführte Polymer eine Teilchengröße kleiner als 2000 µm hat.
13. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Teilchengröße kleiner ist als 1000 µm.
14. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Teilchengröße kleiner ist als 500 µm.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Verarbeiten eines thermoplastischen Polykondensationspolymers, indem das Polymer in feinverteiltem Zustand einem Entgasungsextruder zugeführt wird, worin das Polymer entgast und geschmolzen wird, und wobei das Verfahren eine Nachkondensation des Polymers umfaßt.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Thermoplastische Polykondensationspolymere, wie z.B. Polyester und Polyamide, haben dadurch, daß sie Wasser enthalten, den Nachteil, daß während der Verarbeitung dieser Art von Polymeren die Viskosität abnimmt, was eine Schwächung der mechanischen und physikalischen Eigenschaften des Polymers zur Folge hat. Bei der Verarbeitung von thermoplastischen Polykondensationspolymeren nämlich entstehen durch das Vorliegen von z.B. aus der Umgebungsluft aufgenommenem Wasser kürzere Molekülketten, was die Viskosität des Polymers beeinflusst.

Will man ein derartiges Polymer für die Herstellung von Endprodukten oder Halbfertigprodukten verwenden, dann muß man dafür Sorge tragen, daß das Polymer eine ausreichende Viskosität besitzt.

Es ist bereits ein Verfahren zur Bearbeitung von thermoplastischen Polykondensationspolymeren vorgeschlagen worden, wobei während des Verfahrens das Polymer entgast wird. Bei diesem Verfahren wird Abfallpolyester, wie Polyäthylenterephthalat, im weiteren PETP abgekürzt, feingeschnitten und mittels eines Satellitextruders zu einer Volumenmasse von zumindest 500 kg/m^3 , vorzugsweise 600 kg/m^3 , zusammengepreßt. Danach wird das zusammengepreßte PETP einem Doppelschneckenentgasungsextruder zugeführt, worin es geschmolzen wird und wobei freigesetzter Wasserdampf und/oder andere flüchtige Bestandteile abgesaugt werden. Das aus dem Extruder austretende geschmolzene Polymer wird in Abhängigkeit von der gewünschten Sauberkeit einer oder mehreren Filtrationen unterzogen und danach in einen Autoklaven geführt, wo unter reduziertem Druck eine Nachkondensation in flüssiger Umgebung stattfindet. Mit dieser Nachkondensation (Postkondensation) wird bezweckt, die Viskosität des Polyesters auf einen Wert zu erhöhen, der hoch genug ist, damit das wiederverwendete Polymer zu Endprodukten oder Halbfertigprodukten, gegebenenfalls Rohstoff, verarbeitet werden kann. Bei diesem Verfahren ist nach dem Entgasen des Polymers im Extruder noch ein separater Schritt erforderlich, nämlich das Polymer in einem Autoklaven, in dem eine Nachkondensation stattfindet, auf ausreichende Viskosität zu bringen.

Informationsquelle:

DE-A-2 942 248

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens zur Verarbeitung eines thermoplastischen Polykondensationspolymers, wobei eine Nachkondensation in einem separaten Autoklaven nicht erforderlich ist und wobei das dem Extruder zugeführte Material unmittelbar zu einem Endprodukt oder Halbfertigprodukt geformt werden kann.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Verarbeitung eines thermoplastischen Polykondensationspolymers zur Verfügung zu stellen.

Dies wird erfindungsgemäß dadurch erreicht, daß das zu verarbeitende feinverteilte thermoplastische Polykondensationspolymer nach der Zufuhr in den Extruder über eine beträchtliche Länge der Schnecke unter der Schmelztemperatur des Polyesters unter konstanter Absaugung flüchtiger Bestandteile mittels einer Vakuumabsaugereinrichtung bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert und daß das Polymer über den restlichen Teil der Schneckenlänge komprimiert und aufgeschmolzen wird und daß es danach als Endprodukt oder Halbfertigprodukt den Extruder verläßt. Auf diese Weise wird erreicht, daß das Polymer im Extruder solange wie möglich entgast und folglich getrocknet wird, wobei die Bedingungen, wie Zeit, Temperatur und Druck, so gewählt sind, daß die Polykondensation in der Feststoff-Phase auftreten kann, und wonach das Material relativ schnell aufgeschmolzen wird, damit es plastisch verformt werden kann. Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird vorzugsweise ein erster und ein zweiter Entgasungsextruder eingesetzt, wobei im ersten Extruder das Polymer unterhalb der Schmelztemperatur des Polymers unter konstanter Absaugung flüchtiger Bestandteile bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert wird und danach das Polymer in einen zweiten Extruder dosiert wird, worin das Polymer über eine beträchtliche Länge der Schnecke ebenfalls unter ständiger Absaugung flüchtiger Bestandteile bei einem Vakuum von weniger als 10 mbar transportiert und das Polymer über den restlichen Teil der Schneckenlänge des zweiten Extruders komprimiert und aufgeschmolzen wird und es danach als Endprodukt oder Halbfertigprodukt den zweiten Extruder verläßt.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren beträgt die Gesamtlänge des Schneckenweges das 20- bis 45fache des Durchmessers, vorzugsweise das 25fache des Durchmessers. Die Länge des restlichen Teils der Schnecke, worüber das Polymer im Extruder komprimiert und aufgeschmolzen wird, ist gleich $1-10d$, vorzugsweise $2-6d$, insbesondere vorzugsweise $3-4d$. Unter der Gesamtschneckenlänge wird bei Verwendung eines ersten und eines zweiten Extruders die Addierung der Schneckenlänge des ersten und zweiten Extruders verstanden. Bei Verwendung eines Extruders ist das natürlich die Länge der Schnecke dieses Extruders. Im Extruder wird ein Vakuum von weniger als 10 mbar, vorzugsweise weniger als 5 mbar, aufrechterhalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere zum Verarbeiten von Polyäthylenterephthalat. Das kann auch Alt-PETP sein, wie PETP-Flaschenmaterial oder -Fasern. Diese Art Flaschen wird in den letzten Jahren stets mehr für kohlenstoffhaltige Getränke eingesetzt. Insbesondere aus Umweltschutz- und auch aus Kostengründen ist es in den letzten Jahren wichtig geworden, gebrauchte PETP-Flaschen wiederzuverarbeiten. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann dies auf einfache und wirksame Weise realisiert werden.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren kann ein erster vorgeschalteter Extruder mit hohem Vakuum eingesetzt werden, worin die Temperatur so eingestellt ist, daß das Polymer nicht schmilzt und freigesetzte vorhandene Feuchtigkeit verdampft und abgesaugt wird, wonach das Polymer in einen zweiten Extruder dosiert wird. Der vorgeschaltete Extruder kann als Entgasungs-Schneckenförderer angesehen werden. Auf diese Weise werden eine Trocknung und eine Homogenisierung des Polymers bewirkt, bevor es so optimal wie möglich dem zweiten Extruder angeboten wird.

Neben Feuchtigkeit, die verdampft und abgesaugt wird, werden auch entstandene flüchtige Bestandteile, wie Azetaldehyd, Additive, Emulgatoren usw., abgesaugt. Beim erfindungsgemäßen Verfahren ist keine Vortrocknung des zu verarbeitenden

Polymers erforderlich, bevor es dem Extruder zugeführt wird, da die Möglichkeit gegeben ist, länger zu entgasen, und damit im Extruder mehr Zeit für die Postkondensation verbleibt. Für nicht vorgetrocknetes PETP ist ein längeres Entgasen ein Erfordernis, um zu einem guten Endprodukt zu gelangen. Vorzugsweise ist der erste Extruder auch als Doppelschneckenentgasungsextruder ausgeführt, worin die Postkondensation und Trocknung des Polymers stattfinden. Die Verwendung eines ersten und zweiten Extruders, und sogar beispielsweise eines dritten Extruders, beruht auf praktischen Gründen. Beim Einsatz nur eines Extruders muß dieser sehr lang werden, um ein gutes Endprodukt zu erhalten. Dies führt zu Problemen hinsichtlich der Lagerung der langen Schnecke, um ihr Durchbiegen zu verhindern. Überdies ist der Antrieb eines langen Extruders problematischer als wenn ein zweiter oder mehr Extruder eingesetzt werden, deren Gesamtschneckenlänge der eines langen Extruders gleich ist. Ein weiterer Vorteil des Einsatzes mehrerer Extruder ist, daß die Extruder unabhängig voneinander angetrieben werden können. So kann man z. B. die Schnecke des ersten Extruders schneller rotieren lassen als die des zweiten Extruders, was hinsichtlich der Dosierung des Polymers aus dem ersten in den zweiten Extruder von Vorteil ist. Vorzugsweise wird das Verfahren bei Polymeren mit einer Teilchengröße kleiner als 2000µm eingesetzt. Es hat sich herausgestellt, daß ab diesen Werten gute bis sehr gute Ergebnisse erzielt werden können. Diese Ergebnisse werden noch besser in dem Maße, in dem die Teilchengröße kleiner gewählt wird.

Ausführungsbeispiele

Anhang einer Zeichnung wird die Erfindung näher erläutert, wobei ein erster und ein zweiter Extruder zum Einsatz kommen. Über eine Leitung 1 wird feinverteilter PETP-Abfall von beispielsweise Flaschen für Kohlensäurehaltige Getränke pneumatisch oder mechanisch in einen geschlossenen Beschickungstrichter 2 und über eine Vakuumschleuse 3 in eine Vakuumkammer 4 geführt, worin ein nach Wunsch einzustellender Unterdruck herrscht. Aus der Vakuumkammer 4 wird Material durch einen ersten Extruder 5 abgenommen. Der Extruder 5 ist ein Doppelschneckenentgasungsextruder. Während der Materialabnahme durch den Extruder 5 aus der Vakuumkammer 4 füllt der Beschickungstrichter 2 sich mit neuem Rohstoff (nicht vorgetrocknetes feinverteilter PETP), und der Beschickungstrichter wird unter Vakuum gesetzt und über die Vakuumschleuse 3 in die Vakuumkammer 4 geleert. Der Extruder 5 wird auf eine solche Temperatur eingestellt, daß das Material nicht schmilzt und vorhandene Feuchtigkeit verdampft und abgesaugt wird. Auf diese Weise wird eine Trocknung und eine Homogenisierung des Materials bewirkt, bevor es über eine Leitung 6 einem zweiten Extruder 7 zugeführt wird. Im Extruder 7 findet so lange wie möglich in den verschiedenen Zonen unterhalb des Schmelzpunktes PETP eine Entgasung statt. Das PETP-Material wird über den restlichen Teil der Schnecke komprimiert und in die Schmelzphase gebracht. In der Zeichnung ist dieser Teil mit a gekennzeichnet. Dieser restliche Teil der Schnecke beträgt bei einer Schneckenlänge vom 25fachen des Durchmesser ungefähr das 3-4fache des Durchmessers. Bei längeren Extrudern kann dieser Abstand größer sein, z. B. bei einer Schneckenlänge von 42d beträgt dieser Abstand 10d. Die Absaugung von Dämpfen und flüchtigen Bestandteilen aus dem System findet mittels eines Vakuumsystems mit einem Vakuum von weniger als 10mbar statt, das aus einer oder mehreren nicht dargestellten Vakuumpumpen, Leitungen 8, 9 und 10 und Abspermmitteln 11 und 12 besteht. Das aus dem zweiten Extruder 7 austretende Polymer wird zu Produkten, wie z. B. Plattenmaterial, oder Halbfertigprodukten, gegebenenfalls Rohstoff, wie Granulat, verarbeitet.

Beispiel I

In Tabelle A werden die Meßresultate verschiedener Muster wiedergegeben, die unter wechselnden Bedingungen untersucht worden sind.

Das Muster 5 wurde unter den Bedingungen gemäß der vorliegenden Erfindung untersucht. Nach einem Postkondensationszeitabschnitt und einem kurzen schnellen Aufschmelzen im Kopf des Extruders 7 wird schließlich eine Intrinsic-Viskosität (I. V.) von 0,734 erreicht. Durch eine ausreichende Druckminderung während des Extruders im ersten und zweiten Extruder sowie auch durch eine genaue Einstellung der Temperatur im ersten und zweiten Extruder wird eine gute Entgasung des Materials erhalten.

Die verschiedenen Kombinationen gaben ein immer besseres Ergebnis, wie die Intrinsic-Viskosität der verschiedenen Muster bewies.

Tabelle A

Muster (Zeit)	Temperatur°C		Ertrag/Drehzahl Unter-				I. V.	Bemerkungen	
	1. Extruder	2. Extruder	1	2	3	Kopf			
			kg/h	min ⁻¹	mbar				
1	60	280	280	280	270	30/20	40	0,636	*Start nach Evakuierung
2	100	280	280	280	270	30/20	40	0,646	*Temp. Erhöhung agglom. Bessere Entgasung.
3	155	200	280	280	270	71/20	22	0,694	*Temp.-Erhöhung agglom. (bessere Entgasung) *1. Zone herabgesetzt, Material so lange wie möglich entgasen, ohne daß es in Schmelzphase ist. *Unterdruck höher (von 40 auf 22mbar). Bessere Entgasung.

Muster (Zeit)	Temperatur°C					Ertrag/Drehzahl kg/h min ⁻¹	Unter- druck mbar	I. V.	Bemerkungen
	1. Extruder	2. Extruder		3	Kopf				
4	200	200	230	280	270	71/20	22	0,710	*Temp.-Erhöhung agglom. *2. Zone herabgesetzt, Material so lange wie möglich entgasen. *Kurzer Aufschmelzzeitraum.
5	200	200	230	280	270	71/20	3	0,734	*Druckminderung durch zusätzliche Pumpe. Viel bessere Entgasung. *Längerer Extruder ergibt homogeneres Endprodukt.

I. V. Ausgangsmaterial = 0,711

Beispiel II

Unter den in bezug auf Muster 5 in Beispiel I wiedergegebenen Bedingungen wurde der Einfluß der Teilchengröße verfolgt. Die Ergebnisse bezüglich nicht vorgetrockneter Teilchen sind in Tabelle B und bezüglich Teilchen, die während 6 Stunden bei 160°C vorgetrocknet worden sind, in Tabelle C wiedergegeben.

Tabelle B

Muster	Teilchengröße	I. V.
5	13mm	0,615
6	12mm	0,714
7	0,5mm	0,740

Tabelle C

Muster	Teilchengröße	I. V.
8	3mm	0,765
9	3mm	0,774
10	0,5mm	0,792
11	0,5mm	0,780
12	1mm	0,780
13	1mm	0,735
14	1mm	0,780

5-

280 500

