



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **200 024 B1**

4(51) C 08 F 6/10

C 08 F 6/24

B 01 D 19/04

A

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 08 F / 232 104 2

(22) 27.07.81

(45) 07.05.86

(44) 09.03.86

(71) Kombinat VEB Chemische Werke Buna, 4212 Schkopau, DD

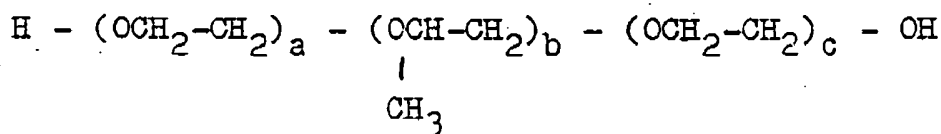
(72) Thümmler, Wolfgang, DD; Zschach, Ingrid, Dr. Dipl.-Chem., DD; Wagner, Zsuzsanna, Dipl.-Chem., HU; Weber, Jürgen, Dr. Dipl.-Chem., DD; Beithan, Werner, Dipl.-Chem., DD; Spieß, Heidemarie, Dr. Dipl.-Chem., DD; Richter, Hans-Joachim, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Verhinderung der Schaumbildung bei der Restmonomerenentfernung

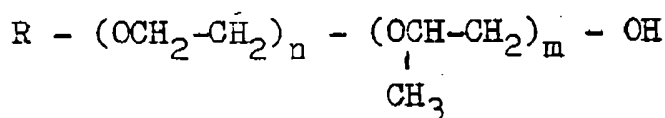


Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Verhinderung der Schaumbildung bei der Restmonomerenentfernung aus wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen, die bekannte Emulgatoren bzw. Dispergatoren enthalten, **gekennzeichnet dadurch**, daß der wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersion bei Temperaturen $\leq 60^\circ\text{C}$ ethoxylierte Polypropylenglykole der allgemeinen Formel



mit $a = 2 - 40$, $b = 15 - 90$ und $c = 2 - 40$ und/oder Alkohol- bzw. Alkylphenolalkylenoxidaddukte der allgemeinen Formel



mit $n = 5 - 40$ und $m = 2 - 40$, wobei R ein aliphatischer oder aliphatisch-aromatischer Kohlenwasserstoffrest mit $10 - 20$ C-Atomen darstellt, in Konzentrationen von $0,005 - 5$ Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, vor oder während der Schleppmittelbehandlung in wäßriger Lösung zugesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verhinderung der Schaumbildung bei der Restmonomerenentfernung aus wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Bei der Restmonomerenentfernung aus wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen im Anschluß an die Polymerisation tritt besonders bei Vakuum- und gleichzeitiger Schleppmittelbehandlung Schaumbildung auf, die erhebliche Störungen im Betriebsablauf verursacht.

Diese Schäume können durch verschiedene Verfahren minimiert werden. Es ist bekannt, daß z. B. durch mechanische Maßnahmen wie Durchleiten des Wasserdampfes durch ein Keramik- oder Metallfilter mit $20\text{ }\mu\text{m}$ Porengröße oder durch Einbau von Schaumbrechern bzw. intensives Rühren die Schaumbildung vermindert wird (GB 2 013 520, DE 28 32 972).

Auch das Einblasen vom Dampf kurz unterhalb des Flüssigkeitsniveaus in der Weise, daß über 50 % des Dampfes kondensieren, verhindert die Schaumbildung, während ein Zusatz von Entschäumern auf Polymethylsiloxanbasis keine Wirkung hat (DE 27 44 462).

Weiterhin sind verschiedene Schaumdämpfungsmittel auf Siliconbasis, oder die aus Gemischen verschiedenartiger Tenside bestehen für wäßrige Systeme bekannt, die in der Textil-, Waschmittel- und Papierindustrie Anwendung finden (z. B. DE 26 25 706, DE 29 43 754).

Bei der Dampferzeugung ist außerdem bekannt, daß das beim Siedevorgang auftretende Schäumen durch Zusatz von Polyoxyalkylenglykolen bzw. Polyoxyalkylenglykolmonoäthern verhindert werden kann (DE-PS 81 92 89, DE-PS 87 12 89).

Nachteilig ist bei den bekannten Verfahren zur Verminderung der Schaumbildung bei der Restmonomerenentfernung, daß die technischen Maßnahmen einen unterschiedlichen Wirkungsgrad bei den verschiedenartigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen aufweisen. Die erforderlichen technologischen Veränderungen müssen den Schaumbildungseigenschaften der entsprechenden Dispersionen angepaßt werden und erschweren eine kontinuierliche Verfahrensweise der Gesamtanlage. Es sind z. T. längere Verweilzeiten oder höhere Temperaturen erforderlich, um einen Effektivitätsverlust bei der Restmonomerenentfernung zu vermeiden. Dies führt zwangsläufig zu einer thermischen Schädigung des Polymeren.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, in ökonomisch vorteilhafter Weise und ohne technologische Veränderungen die bei der Restmonomerenentfernung aus wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen auftretende Schaumbildung zu verhindern.

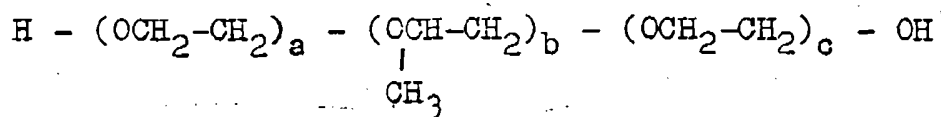
Darlegung des Wesens der Erfindung

— Die technische Aufgabe, die durch die Erfindung gelöst wird.

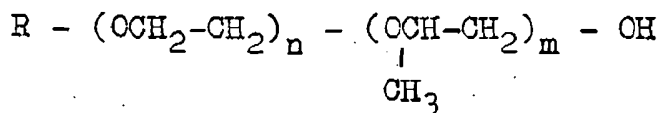
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Verhinderung der Schaumbildung bei der Restmonomerenentfernung aus wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen, die bekannte Emulgatoren bzw. Dispergatoren enthalten, zu entwickeln, ohne daß eine Reduzierung des Durchsatzes oder Behinderung des Entgasungsprozesses eintritt, eine längere Verweilzeit und die damit verbundene thermische Schädigung der Vinylchloridpolymerisate vermieden wird.

— Die Merkmale der Erfindung

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Vinylchloridpolymerisat-Dispersion bei Temperaturen $\leq 60^\circ\text{C}$ ethoxylierte Polypropylenglykole der allgemeinen Formel



mit $a = 2 - 40$, $b = 15 - 90$ und $c = 2 - 40$ und/oder Alkohol- bzw. Alkylphenolalkylenoxidaddukte der allgemeinen Formel



mit $n = 5 - 40$ und $m = 2 - 40$, wobei R ein aliphatischer oder aliphatisch-aromatischer Kohlenwasserstoffrest mit 10 - 20 C-Atomen darstellt, zugesetzt werden.

Die Zugabe o. g. Verbindungen erfolgt in Konzentrationen von 0,005 - 5 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt der Polymerdispersion, vor oder während der Schleppmittelbehandlung in wäßriger Lösung.

Für das erfindungsgemäße Verfahren haben sich solche Verbindungen als günstig erwiesen, die eine hinreichende Wasserlöslichkeit besitzen, wodurch eine schnelle und gleichmäßige Verteilung in der wäßrigen Vinylchloridpolymerisat-Dispersion garantiert ist, verbunden mit großer Schaumdämpfungswirkung.

Das erfindungsgemäße Verfahren bezieht sich insbesondere auf Vinylchloridpolymerisat-Dispersionen mit einem Feststoffgehalt von 15 - 50 Gew.-% und ist auf keine bestimmte technologische Variante der bekannten Verfahren der Restmonomerenentfernung beschränkt. Auch die Art des Schleppmittels ist ohne Einfluß auf die Wirksamkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1 - 6

Eine nach üblichen Polymerisationsverfahren erhaltene PVC-Suspension mit 25% Feststoffgehalt wurde bei 100°C zur Entfernung von unumgesetzten Vinylchlorid mit Wasserdampf behandelt. Nach wenigen Minuten bildete sich ein stabiler Schaum. Die Schaumhöhe betrug ca. $\frac{2}{3}$ der Füllhöhe des Entmonomerisierungskessels.

Dieser PVC-Suspension wurden folgende Substanzen zugesetzt:

Verbindung	EO	PO	R
A	16	35	—
B	8	4	Nonylphenyl-
C	8	5	C ₁₀ -C ₁₆ -Alkyl-

EO = Mol Ethylenoxid

PO = Mol Propylenoxid

R = Rest

In der folgenden Tabelle sind die Versuchsbedingungen und die erzielten Ergebnisse zusammengestellt:

Beispiel Nr.	Verbindungs- typ	Konzentra- tion %	T °C	Schaumhöhe %
1	ohne	—	—	100
2	A	0,1	25	10
3	A	0,05	45	6
4	B	0,03	55	4
5	C	0,05	30	<1
6	A + C	0,01 + 0,02	25	5

Die in der Tabelle angegebene Temperatur stellt die Temperatur der Zugabe der wäßrigen Lösung zur PVC-Suspension dar.