



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

209 464

Int.Cl.³

3(51) C 08 F 6/10

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 08 F/ 2432 186

(22) 14.09.82

(44) 09.05.84

(71) VEB LEUNA-WERKE "WALTER ULBRICHT"; LEUNA, DD

(72) GEBAUER, MANFRED, DIPL.-CHEM.; BUCKA, HARTMUT, DIPL.-ING.; BRAUER, OTFRIED; KLEMM, GERO; DD;
RASCHICK, GERHARD, DIPL.-ING.; DD;

(54) VERFAHREN ZUR ENTFERNUNG VON RESTMONOMEREN AUS NIEDERMOLEKULAREN POLYOLEFINEN

(57) Verfahren zur Entfernung von Restmonomeren aus niedermolekularen Polyolefinen, wobei unmittelbar nach der Hochdruckpolymerisation von Ethylen in mehreren Stufen entgast wird, indem in der ersten Stufe auf einen Druck von 0,15 bis 1 MPa entspannt wird und erfindungsgemäß in der zweiten Stufe 5 bis 20 Ma.-% Wasser zugeführt werden und bei einem Druck von 0,001 bis 0,1 MPa ein Restmonomergehalt von 0,0015 bis 0,003 Ma.-% eingestellt wird und das eingespritzte Wasser restlos entfernt wird.

VEB Leuna-Werke
Walter Ulbricht

Leuna, 30. 08. 1982

LP 8256

Titel der Erfindung

Verfahren zur Entfernung von Restmonomeren aus niedermolekularen Polyolefinen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Restmonomeren aus niedermolekularen Polyolefinen im Anschluß an die Polymerabscheidung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß die Polymerisation nicht bis zum vollständigen Umsatz der Monomeren geführt werden kann und trotz mehrstufiger Entspannung Restmonomere und niedermolekulare Anteile in dem erzeugten Polymeren verbleiben (Ullmann's Encyklopädie der technischen Chemie, Verlag Urban & Schwarzenberg, München, Berlin, 1963, 3. Auflage, Band 44 und Kunststoffhandbuch, Verlag Carl Hanser, München 1969, Band IV).

Es ist auch bekannt, daß die Entfernung der Monomeren im Konfektionierungsteil der Produktionsanlagen erfolgt, indem die Polymerisate mit Luft oder Inertgas gespült werden (z.B. DE-OS 1 795 396). Diese und ähnliche Verfahren zur Entfernung der Restmonomeren im Konfektionierungsteil von Anlagen haben vor allem den Nachteil sehr hoher Investitionen und wirken außerdem stark umweltbelastend, da die entfernten Monomeren mit der Beatmungsluft an die Atmosphäre abgegeben werden.

Es sind weiterhin eine Reihe von Verfahren bekannt, bei denen die Polymerenschmelze durch geeignete Maßnahmen eine große Oberfläche erhält und dabei Vakuum oder Schleppmittel ausgesetzt wird (US-PS 2 731 081, DE-OS 1 345 500, DE-OS 2 461 900, DE-OS 2 509 901, DE-OS 2 461 901, DE-OS 2 508 777) bzw. die Entfernung während der Granulierung in Extrudern erfolgt (z.B. DE-OS 2 417 792, DE-OS 2 539 102, DE-OS 2 507 061, DE-OS 2 601 753, DE-OS 2 625 609).

Aus der DE-AS 1 116 404 ist eine Vorrichtung zur Reinigung des bei der Hochdruckpolymerisation entstehenden Polyethylens von flüchtigen Bestandteilen durch Vakuumbehandlung bekannt. Die Vorrichtung wird zwischen dem Niederdruckabscheider und der Austragsschneckenmaschine angeordnet und ist am Produkteingang mit einer Siebplatte versehen. In die Vorrichtung kann über einen Stutzen Wasser, Wasserdampf oder ein geeignetes Lösungsmittel zugeführt werden und es kann Vakuum angelegt werden.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist es, den Restmonomeregehalt von niedermolekularen Polyolefinen bereits im Syntheseteil der Produktionsanlage herabzusetzen und darüber hinaus die Rückgewinnung der Restmonomeren zu ermöglichen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur schonenden Entfernung von Restmonomeren aus niedermolekularen Polyolefinen zu entwickeln und den Restmonomeregehalt soweit herabzusetzen, daß es bei der Verarbeitung der Produkte zu keinerlei Störungen kommt.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß unmittelbar nach der Hochdruckpolymerisation von Ethylen eine Abtrennung des nicht umgesetzten Monomeren aus der Polyolefinschmelze bei unterschiedlichen Druckstufen erfolgt, indem in einer ersten Stufe durch eine Entspannung auf einen Druck von 0,15 bis 1 MPa der Restmonomeregehalt auf 0,07 bis 0,5 M.-% abgesenkt wird und erfindungsgemäß in einer zweiten Stufe durch Zugabe von 5 bis 20 M.-% Wasser, bezogen auf das niedermolekulare Polyolefin, und Entspannung auf einen Druck von 0,001 bis 0,1 MPa ein Restmonomeregehalt von 0,0015 bis 0,003 M.-% eingestellt wird und das eingespritzte Wasser anschließend restlos entfernt wird.

Das Verfahren wird an Hand einer Zeichnung erläutert.

Das im Hochdruckreaktor (1) erhaltene Gemisch aus niedermolekularem Polyolefin und nicht umgesetzten Einsatzgas wird über das Druckhalteventil (2) auf den Zwischendruck entspannt und nach Passieren eines Kühlers (3) in den Zwischendruckproduktabscheider (4) geleitet. Das abgetrennte, nicht umgesetzte Einsatzgas wird in den Prozeß zurückgeführt. Die abgeschiedene Schmelze wird durch das Ventil (5) auf den Druck von 0,15 bis 1 MPa in den ersten Entspannungsbehälter (6) entspannt. Das abgetrennte Gas wird in den Prozeß zurückgeführt. Die abgetrennte Polyethylenschmelze wird über das Ventil (7) in den zweiten Entspannungsbehälter (8) geleitet. Mit Hilfe der Pumpe (9) wird Wasser in die Polyethylenschmelze gepumpt. Der Behälter (8) kann drucklos bzw. unter Vakuum betrieben werden. Die Schmelze wird mittels der Pumpe (10) einem Sprühturm (11) zugeführt. In dem Sprühturm wird das Produkt in eine Gießform überführt.

Ausführungsbeispiel

Das in dem Reaktor (1) bei einem Druck von 162 MPa erhaltene, niedermolekulare Polyolefin wurde über das Druckhalteventil (2) auf einen Druck von 24 MPa entspannt und über den Kühler (3) in den Zwischendruckproduktabscheider (4) geleitet. Das abgetrennte Gas wurde nach Reinigung und Kühlung dem Reaktionsdruckkompressor zugeführt. Die abgeschiedene Schmelze wurde über das Ventil (5) in den ersten Entspannungsbehälter (6) auf 0,3 MPa entspannt und ein Restmonomergehalt von 0,16 M-% eingestellt. Der aus dem Behälter (6) über das Ventil (7) abgezogenen Schmelze wurden mittels der Pumpe (9) 20 M-% Wasser zugesetzt und das Gemisch in den Behälter (8) geleitet. Der Druck in dem Behälter (8) lag bei 0,008 MPa. Ein Restmonomergehalt im niedermolekularen Polyolefin war nicht mehr nachweisbar. Die Schmelze wurde mittels der Pumpe (10) in den Sprühturm (11) gepumpt, in den im Gegenstrom Luft eingeleitet wurde. Es wurde ein grießförmiges Polyethylen mit folgenden Kenndaten erhalten:

Dichte: $0,936 \text{ g/cm}^3$, nach TGL 14075

Tropfpunkt: 112° C , nach TGL 0-51801

Erstarrungspunkt am rotierenden Thermometer: 102,
nach TGL 0_51556

Viskosität, im Ubbelohde-Viskosimeter bei 140° C : $412 \text{ mm}^2/\text{s}$
nach TGL 0-51562

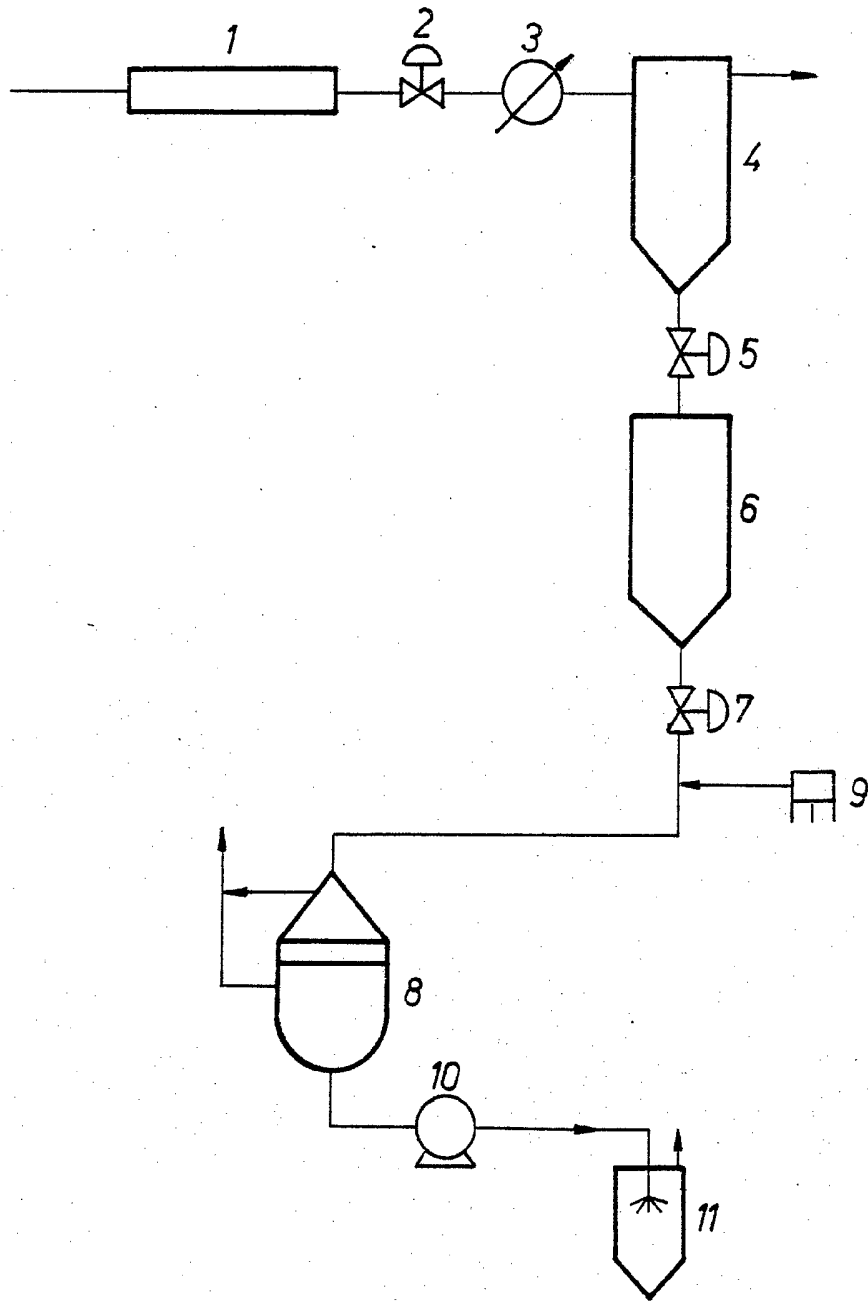
Penetration: $2 \cdot 10^{-1} \text{ mm}$, nach TGL 12622

Restmonomergehalt: nicht nachweisbar

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Entfernung von Restmonomeren aus niedermolekularen Polyolefinen unmittelbar nach der Hochdruckpolymerisation von Ethylen, aus der Polyolefinschmelze bei unterschiedlichen Druckstufen, wobei in der ersten Stufe ein Druck von 0,15 bis 1 MPa eingestellt wird, dadurch gekennzeichnet, daß in der zweiten Stufe durch Zugabe von 5 bis 20 M-% Wasser, bezogen auf das niedermolekulare Polyolefin, und Entspannung auf einen Druck von 0,001 bis 0,1 MPa ein Restmonomergehalt von 0,0015 bis 0,003 M-% eingestellt wird und das eingespritzte Wasser restlos entfernt wird.

Hierzu gehört 1 Blatt Zeichnungen



14:SEI 1982*034745