



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 300 020 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2

Patentgesetz der DDR

vom 27. 10. 1983

in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 08 F 8/20

C 08 F 6/12

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) DD C 08 F / 331 929 7

(22) 21.08.89

(45) 21.05.92

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, Zörbiger Straße, O - 4400 Bitterfeld, DE

(72) Lehmann, Joachim, Dipl.-Chem.; Ikier, Hendrik, Dipl.-Ing.; Reinholz, Siegfried; Stützer, Alfred; Linge, Manfred, Dipl.-Päd., DE

(73) Chemie AG Bitterfeld-Wolfen, O - 4400 Bitterfeld, DE

(54) Verfahren zur Abtrennung von chloriertem Polyethylen aus der Chlorierlösung

(55) chloriertes Polyethylen; Abtrennung; Verdüsungsturm; Chlorierlösung; Wasserdampfmenge; Restlösungsmittelgehalt; Tetrachlorkohlenstoff; Trocknung

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von chloriertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 0,1 g/10 min bis 1,0 g/10 min des zur Chlorierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 35 bis 40 Gew.-% und einem Chlorpolyethylengehalt von 4 bis 6 Gew.-% aus der Chlorierlösung. In den Verdüsungsturm, bestehend aus einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe von 1 200 bis 1 400 mm und einem Durchmesser von 3 600 bis 4 400 mm und einem sich anschließenden kegelförmigen Abschnitt mit einer Höhe in Achsrichtung von 2 200 bis 2 800 mm, werden am oberen Teil 2 300 bis 3 000 kg/h Chlorierlösung mit einer Wasserdampfmenge von 900 bis 1 300 kg/h verdüst. Dabei legen die Chlorpolyethylen-Teilchen eine freie Fallstrecke von 2 000 bis 4 000 mm zurück, bevor sie in das eine Pegelhöhe von 600 bis 1 100 mm aufweisende Wasserbad im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes gelangen. Dieses wird durch eine kontinuierlich zugeführte Wasserdampfmenge von 140 bis 210 kg/h auf der erforderlichen Temperatur von 92 bis 98 °C gehalten und dabei gleichzeitig intensiv verwirbelt. Das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaufteil strömende Wasser wird in einer Menge von 50 bis 70 m³/h in den oberen Teil des Verdüsungsturmes zur Bspülung gefördert. Durch diese Verfahrensweise ist es möglich, nach der Trocknung chloriertes Polyethylen mit einem Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von kleiner als 0,5 Gew.-% zu erhalten.

Patentanspruch:

Verfahren zur Abtrennung von chloriertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 0,1 bis 1,0 g/10 min des zur Chlorierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 35 bis 40 Gew.-% und einem Chlorpolyethylengehalt von 4 bis 6 Gew.-% aus der Chlorierlösung, wobei die stabilisierte Chlorierlösung in einem Verdüstungsturm mit siphonartig ausgebildetem Auslaufteil mit Wasserdampf verdüst wird und die Chlorpolyethylen-Teilchen in ein auf eine Temperatur von 92 bis 98°C erwärmtes Wasserbad gelangen, aus dem siphonartigen Auslaufteil als wasserfeuchtes Lösungsmittelhaltiges Chlorpolyethylen ausgetragen werden und in einem Doppelschneckenextruder durch mechanische und thermische Behandlung getrocknet werden, und das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaufteil strömende Wasser in den Verdüstungsturm zurückgepumpt wird und am oberen Teil des Verdüstungsturmes die sich bildenden Dämpfe abgezogen werden, **gekennzeichnet dadurch**, daß in den Verdüstungsturm (1), bestehend aus einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe (H_1) von 1 200 bis 1 400 mm und einem Durchmesser (D_1) von 3 600 bis 4 400 mm und einem sich anschließenden kegelförmigen Abschnitt mit einer Höhe (H_2) in Achsrichtung von 2 200 bis 2 800 mm am oberen Teil 2 300 bis 3 000 kg/h Chlorierlösung mit einer Wasserdampfmenge von 900 bis 1 300 kg/h verdüst werden und dabei die Chlorpolyethylen-Teilchen eine freie Fallstrecke (F) von 2 000 bis 4 000 mm zurücklegen, bevor sie in das eine Pegelhöhe (H_4) von 600 bis 1 100 mm aufweisende Wasserbad (3) im kegelförmigen Abschnitt des Verdüstungsturmes gelangen, das durch eine kontinuierlich zugeführte Wasserdampfmenge von 140 bis 210 kg/h auf der erforderlichen Temperatur von 92 bis 98°C gehalten und dabei gleichzeitig intensiv verwirbelt wird, und das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaufteil (2) strömende Wasser in einer Menge von 50 bis 70 m³/h in den oberen Teil des Verdüstungsturmes zur Bspülung der Innenwandung gefördert wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von chloriertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 0,1 g/10 min bis 1,0 g/10 min des zur Chlorierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 35 bis 40 Gew.-% und einem Chlorpolyethylengehalt von 4 bis 6 Gew.-% aus der Chlorierlösung.

Es ist bereits seit langem bekannt (DD-PS 54810), Chlorpolyethylen aus der Chlorierlösung abzutrennen, indem die Chlorierlösung über eine Zweistoffdüse in einem Turm versprüht wird, wobei die Turmwände innen mit 85°C heißem Wasser bspült werden, und das Wasser zusammen mit den Produktteilchen über eine Tauchung im unteren Teil des Turmes ausgetragen wird. Der Turm ist über seine gesamte Höhe zylindrisch ausgebildet. Bei diesem Verfahren soll das Lösungsmittel vollständig entfernt werden, was jedoch praktisch unmöglich ist. Die konstruktiv sehr einfache Auslegung des Verdüstungsturmes als Hohlzylinder ohne unteres Wasserbad gewährleistet keine wirksame Abtrennung des Lösungsmittels, da nur ein Teil der mit Dampf verdüsten Produktteilchen mit dem an den Turminnenwänden abwärtsfließenden, nur 85°C heißen Wasserstrom in Berührung kommt. Der andere Teil des verdüsten Produkts erreicht gleich den Turmboden und wird, da kein unteres Wasserbad vorhanden, sofort über die Abtauchung mit dem Spülwasser ausgetragen. Die Abführung der Produktteilchen mit dem Spülwasser ohne unteres Wasserbad und nur über eine 200 mm hohe Tauchung ist nicht geeignet, restliches Lösungsmittel weiter abzdampfen. Nachteilig ist ferner, daß die Spülwassertemperatur von 85°C viel zu niedrig ist, um die gewünschte Ausdampfung des Lösungsmittels zu erreichen.

Die Abtrennung des chlorierten Polyethylens aus der Lösung kann kontinuierlich auch nach anderen Methoden durchgeführt werden. Die entgaste Polymerlösung wird zum Beispiel durch eine Düse in ein auf 95 bis 98°C erwärmtes Wasserbad gedrückt. Das Lösungsmittel wird dabei als Wasserazeotrop entfernt. Das wasserfeuchte Polymere wird von einem Walzensystem aufgenommen, mit einer Schneidvorrichtung in dünne Schnitzel geschnitten und einer Trocknungsanlage zugeleitet. (Plaste und Kautschuk 8, 1962, S.400)

Es ist auch bekannt (DE-OS 2400271), als Trocknungsanlage zur Austreibung des Lösungsmittels einen Doppelschneckenextruder einzusetzen.

Zur Chlorierungsreaktion von Polyethylen werden als Lösungsmittel chlorierte Kohlenwasserstoffe, insbesondere Tetrachlorkohlenstoff, eingesetzt. Die bisher bekannten Verfahren zur Abtrennung des chlorierten Polyethylens aus der Chlorierlösung haben alle den Nachteil, daß nach der Trocknung des chlorierten Polyethylens dieses noch einen relativ hohen Restlösungsmittelgehalt von ca. 4 bis 10 Gew.-% besitzt. Dieser wirkt sich sehr nachteilig auf die weitere Verarbeitung des chlorierten Polyethylens aus, da die Lösungsmitteldämpfe die Korrosion an metallischen Bauteilen begünstigen. Die verwendeten Lösungsmittel sind generell toxisch, und bei der weiteren Verarbeitung können diese freigesetzt werden und zu gesundheitlichen Schädigungen des Bedienungspersonals führen.

Auf destillativem Weg oder durch Trocknen lassen sich diese Lösungsmittelrestmengen nicht vollständig entfernen. Bei der Trocknung ist zu beachten, daß das chlorierte Polyethylen nicht thermisch geschädigt wird.

Aus der Literatur sind verschiedene Möglichkeiten bekannt, den Restlösungsmittelgehalt des chlorierten Polyethylens wesentlich zu verringern. So ist es zum Beispiel möglich, zu dem festen chlorierten Polyethylen vor oder nach der Trocknung ein geeignetes Lösungsmittel, beispielsweise Toluol, Methanol oder Methylketon, zuzugeben und anschließend erneut zu

destillieren. Bekannt ist auch die Nachbehandlung des chlorierten Polyethylens mit niederen aliphatischen Alkoholen (EP-A 1 31960) oder mit Methylenchloriddämpfen (DE-OS 2649754). Diese Destillationsprozesse sind sehr energieaufwendig und erfordern den Einsatz zusätzlicher Apparaturen.

Ferner ist bekannt, daß der Restlösungsmittelgehalt durch verschiedene Zusätze zur Chlorierung verringert werden kann. Als Zusätze sind z. B. Weichmacher und/oder Lackharze (DE-OS 2359461) oder andere chlorierte Polymere mit niedrigerer Übergangstemperatur (CH-PS 612986) geeignet. Gemäß der DE-OS 2701 288 werden für Polyvinylchloridformmassen geeignete Polymerschmiermittel eingesetzt, von denen besonders ein Äthoxylat eines primären aliphatischen Alkohols mit mindestens 8 Kohlenstoffatomen geeignet sein soll (DE-OS 2818647).

Der Nachteil dieser Verfahren besteht darin, daß die Zusätze zu einer Kostensteigerung führen und größtenteils im Polymeren verbleiben. Diese beeinträchtigen die Qualität der aus dem chlorierten Polyethylen herzustellenden Endprodukte und haben für den Verarbeiter eine Beschränkung in der Rezepturgestaltung zur Folge. In der EP-A 1 179 263 und der DD-PS 231 362 sind Verfahren beschrieben, bei denen die Abtrennung des Polymeren aus der Chlorierlösung unter Anwendung eines Hilfslösungsmittels, z. B. Toluol oder Xylen, durchgeführt wird, das mit dem Chlorierlösungsmittel verträglich ist und eine höhere Siedetemperatur als diese aufweist. Durch den vorzunehmenden Lösungsmittelaustausch sind diese Verfahren sehr aufwendig. Der Einsatz eines Hilfslösungsmittels verursacht zusätzliche Kosten.

Ziel der Erfindung ist es, den technisch-ökonomischen Herstellungsaufwand zu verringern, die Kosten für Zusatzstoffe einzusparen, den Energieverbrauch zu senken und die Qualität des chlorierten Polyethylens zu verbessern.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Abtrennung von chloriertem Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_g von 0,1 g/10 min bis 1,0 g/10 min des zur Chlorierung eingesetzten Polyethylens, einem Chlorgehalt von 35 bis 40 Gew.-% und einem Chlorpolyethylengehalt von 4 bis 6 Gew.-% aus der Chlorierlösung zu schaffen, das eine einfache Verfahrensweise ohne nachteilige Auswirkungen auf die Qualität des chlorierten Polyethylens ermöglicht und bei dem der Restlösungsmittelgehalt des abgetrennten chlorierten Polyethylens auf einen niedrigen Wert gesenkt werden kann.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß in einem Verdüsungsturm, bestehend aus einem zylindrischen Abschnitt mit einer Höhe von 1200 bis 1400 mm und einem Durchmesser von 3600 bis 4400 mm und einem sich anschließenden kegelförmigen Abschnitt mit einer Höhe in Achsrichtung von 2200 bis 2800 mm, am oberen Teil 2300 bis 3000 kg/h Chlorierlösung mit einer Wasserdampfmenge von 900 bis 1300 kg/h verdunstet werden. Dabei legen die Chlorpolyethylen-Teilchen eine freie Fallstrecke von 2000 bis 4000 mm zurück, bevor sie in das eine Pegelhöhe von 600 bis 1100 mm aufweisende Wasserbad im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes gelangen. Dieses wird durch eine kontinuierlich zugeführte Wasserdampfmenge von 140 bis 210 kg/h auf der erforderlichen Temperatur von 92 bis 98°C gehalten und dabei gleichzeitig intensiv verwirbelt. Das aus dem siphonartig ausgebildeten Auslaßteil strömende Wasser wird in einer Menge von 50 bis 70 m³/h in den oberen Teil des Verdüsungsturmes zur Beseitigung gefördert. Die ringförmig auf dem Turmdeckel angeordneten Zweistoffdüsen, von denen eine oder mehrere betrieben werden, können in ihrem Anstellwinkel so verändert werden, daß sich jeweils andere Fallstrecken ergeben. Die Länge der freien Fallstrecke ist neben den anderen Einflußgrößen wichtig für die Verdampfung des Lösungsmittels. Die Fallstrecke eines Produktteilchens ist bis ca. 0,5 bis 1,0 m hinter der Düse noch geradlinig und geht dann in eine angenäherte Wurfparabel über, wobei zusätzlich nicht definierbare Strömungszustände im Turminnenen von weiterem Einfluß sind, so daß die Fallstrecke nicht exakt bestimmt werden kann. Als Mittelwert für die freie Fallstrecke aller Teilchen wird der Abstand angegeben, der sich mit der kurvenartigen Verlängerung der Düsenmittellinie ergibt, bis diese auf ein Hindernis (Turminnenwand, Wasserbadoberfläche) trifft. Bei kurzer Flugstrecke prallt das Teilchen gleich auf die Innenwand und wird vom Umlaufwasser in das untere Wasserbad gespült.

Dabei wird das Lösungsmittel in der Düse, im Verlauf der Fallstrecke, im Spülwasser und letztlich dann im Wasserbad abgetrieben, wobei die Fallstrecke vergleichsweise kurz und die Aufenthaltszeit im Spülwasser bis Erreichen des Wasserbades vergleichsweise länger ist. Während des freien Falls kommen die Produktteilchen mit der Dampfphase im Turminnenen in Berührung, wobei die Dampftemperaturen hier zwischen 100 bis 200°C liegen. Bei langer Flugstrecke legen die Teilchen einen vergleichsweise längeren Weg durch die heiße Dampfphase zurück, sind aber in kürzerer Zeit im unteren Wasserbad, das eine Temperatur von 92 bis 98°C hat. In dieses Wasserbad wird Wasserdampf eingeblasen. Der Wasserdampf bewirkt eine wirkungsvolle Temperierung des Wasserbades und darüber hinaus einen turbulenten Strömungszustand, der ein gleichmäßiges Suspensieren der verdunsteten Produktteilchen zur Folge hat. Die Aufenthaltszeit im Wasserbad ist abhängig von der Teilchengröße, von den turbulenten Strömungen im Wasserbad, vom Wasserbadvolumen und von der Wassermenge. Je feiner die Teilchen versprüht werden, was z. B. von stofflichen Parametern der Lösung und der Treibdampfmenge abhängt, und je länger die Aufenthaltszeit in der Dampfphase, im Spülwasser und im Wasserbad ist, um so geringere Lösungsmittelrestgehalte können erzielt werden. Wird z. B. die Treibdampfmenge im Verhältnis zur Lösungsmenge zu stark erhöht, werden die Teilchen so beschleunigt, daß sie zu schnell durch die heiße Dampfphase fliegen; der Ausdampfeffekt wird unzureichend. Wird die Treibdampfmenge im Verhältnis zur Lösungsmenge zu gering, so ist die Sprühwirkung unzureichend, und die größeren Teilchen haben zu hohe Lösungsmittelanteile.

Wird bei gleichem Volumen des Turms bei einem größeren Durchmesser der Turmzylinder zu flach gestaltet, so wird die Fallstrecke für die Teilchenbildung bei gleichzeitiger Lösungsmittelabdampfung zu kurz. Wählt man bei Beibehaltung des Turmvolumens einen sehr langen Turmzylinder mit zu geringem Durchmesser, können sich die Sprühkegel der Düsen überschneiden, und es kommt zur Agglomeratbildung, wobei das Lösungsmittel nicht ausreichend entfernt wird.

Wird der Wasserbadpegel zu stark erhöht, verlängert sich zwar die Aufenthaltszeit der im Wasser schwimmenden Produktteilchen, aber die Fallstrecke für die Teilchen wird verkürzt. Andererseits bewirkt ein zu geringer Pegelstand ein zu geringes Volumen des Wasserbades und damit eine unzureichende Restausdampfungszeit für das Lösungsmittel.

Überraschenderweise ist es durch die erfindungsgemäße Verfahrensweise möglich, chloriertes Polyethylen mit einem Restlösungsmittelgehalt nach der Trocknung von kleiner als 0,5 Gew.-% zu erhalten. Dies ist insoweit unerwartet, da keine zusätzlichen Hilfsmittel zur Entfernung des Lösungsmittelanteils eingesetzt wurden. Das Verfahren arbeitet zuverlässig und ist technisch-ökonomisch nicht sehr aufwendig, was zu vorteilhaften Verfahrenskosten führt. Im Vergleich zu den bekannten Verfahren zeichnet es sich durch eine energiesparende Arbeitsweise aus. Durch den geringen Restlösungsmittelgehalt besitzt das chlorierte Polyethylen eine ausgezeichnete Qualität für eine weitere thermoplastische Verarbeitung.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist nur geeignet für Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex i_5 von 0,1 bis 1,0g/10min und einem Chlorgehalt des in Lösung chlorierten Polyethylens von 35 bis 40 Gew.-%. Der Feststoffgehalt an Chlorpolyethylen in der Chlorierlösung soll 4 bis 6 Gew.-% betragen.

Die Erfindung soll nachstehend an mehreren Beispielen erläutert werden.

In der zugehörigen Zeichnung ist eine Anlage zur Abtrennung von CPE-Teilchen aus der Chlorierlösung schematisch dargestellt.

Beispiel 1

Ein Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex $i_5 = 0,4\text{g}/10\text{min}$ (Handelsmarke Sclerfin A61 EA) wird in an sich bekannter Weise nach dem Lösungschlorierungsverfahren in Tetrachlorkohlenstoff auf einen Chlorgehalt von 37 Gew.-% chloriert. Nach der Entsäuerung der Chlorierlösung weist diese einen Chlorpolyethylengehalt von 5,2 Gew.-% auf. Die Abtrennung des chlorierten Polyethylens erfolgt in einem Verdüsungsturm 1 folgender Abmessungen:

Durchmesser D_1 :	4 000 mm
Höhe des zylindrischen Teiles H_1 :	1 300 mm
Höhe des kegelförmigen Abschnittes H_2 :	2 200 mm.

Der Verdüsungsturm 1 weist einen siphonartigen Auslauffeile 2 mit einer Nennweite D_2 von 200mm und einer Höhe H_3 von 2 900mm auf. Im Betriebszustand beträgt die Pegelhöhe H_4 des Wasserbades 3 750mm.

Nach dem Entsäuern der Chlorierlösung werden dieser 2,4 Gew.-% epoxidiertes Sojaöl, 1 Gew.-% Dibutylzinndilaurat und 2 Gew.-% Tris-(nonylphenyl)-phosphit, bezogen auf den CPE-Feststoff, als Mischung zugegeben. Über eine am oberen Turmdeckel 4 angeordnete Zweistoffdüse 5 werden kontinuierlich 2 600 kg/h Chlorierlösung mit ca. 1 100 kg/h Wasserdampf mit einem Überdruck von 1 MPa und einer Temperatur von 200°C in den Turm gedrückt. Dabei verdampft das Chlorierlösungsmittel Tetrachlorkohlenstoff und wird am oberen Teil des Verdüsungsturmes mit dem Wasserdampf abgezogen. Wichtig ist, daß die sich während der Verdampfung des Lösungsmittels bildenden Chlorpolyethylen-Teilchen eine bestimmte freie Fallstrecke F zurücklegen, bevor sie in das Wasserbad gelangen. Dadurch wird eine wirksame Abtrennung des Tetrachlorkohlenstoffes erreicht. Bezogen auf die in diesem Beispiel angegebene Dimensionierung des Verdüsungsturmes beträgt diese durchschnittlich ca. 2 500 mm. Dem im Verdüsungsturm zirkulierenden Wasser mit einer Temperatur von 95°C werden im Ausgangszustand 0,2 Gew.-% Natriumtetraborat-Dekahydrat und/oder Natriummetasilikat und während der Betriebsweise diese kontinuierlich als 5%ige Lösung zugesetzt, so daß der pH-Wert bei 7 bis 8 gehalten wird. In Verbindung mit den o. a. Zusätzen wird somit eine ausreichende thermische Stabilisierung des chlorierten Polyethylens in der Lösung während der Aufarbeitung erreicht. Das Kreislaufwasser wird mit einer Pumpe 6 mit einer Förderleistung von 60 m³/h umgewälzt. In das im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 befindliche Wasserbad 3 wird mit einem Überdruck von 0,5 MPa und einer Temperatur von 150°C Wasserdampf in einer Menge von 170 kg/h eingeblasen. Dadurch wird das Wasserbad ständig aufgewirbelt und auf einer Temperatur von ca. 95°C gehalten. Das aus dem Wasserbad 3 über den siphonartigen Auslauffeile 2 ausgeschwemmte chlorierte Polyethylen ist feinteilig-flockig und neigt nicht zum Zusammenbacken. Es wird mittels eines Siebes 7 aus dem Kreislaufwasserstrom abgetrennt. Das wasserfeuchte Chlorpolyethylen besitzt einen Restlösungsmittelgehalt von 1,8 Gew.-% (Bestimmung mittels IR-Spektroskopie durch Herauslösen des Tetrachlorkohlenstoffes mit Hilfe von Schwefelkohlenstoff und Messen der Absorption bei 790 cm⁻¹). Von dem Siebband 7 aus gelangen die Chlorpolyethylen-Teilchen direkt in einen kontinuierlich arbeitenden Doppelschneckenextruder 8 der Baugröße E 2.90.12 und werden bei einem Druck bis zu 10 MPa, einer Schneckendrehzahl von 190 U/min und eingestellten Zylindersolltemperaturen von 65 bis 75°C getrocknet. Unter diesen Bedingungen treten im Extruder Massetemperaturen von 120 bis 170°C auf. Das getrocknete chlorierte Polyethylen wird mit einer Durchsatzleistung von 135 kg/h als strangförmig-stückiges Produkt ausgetragen. Dieses wird anschließend in einer Mühle 9 auf eine Korngröße von < 3 mm gemahlen. An dem erhaltenen Produkt wurde ein Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von 0,3 Gew.-% IR-spektroskopisch ermittelt (wie oben angegeben) und eine thermische Stabilität von 30 min, gemessen nach der Kongorotmethode bei 170°C.

Beispiel 2

Ein Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex $i_5 = 0,3\text{g}/10\text{min}$ (Handelsmarke Sclerfin A61 EA) wird in an sich bekannter Weise nach dem Lösungschlorierungsverfahren in Tetrachlorkohlenstoff auf einen Chlorgehalt von 37,8 Gew.-% chloriert. Nach der Entsäuerung der Chlorierlösung weist diese einen Chlorpolyethylengehalt von 5,3 Gew.-% auf. Die Abtrennung des chlorierten Polyethylens erfolgt in einem Verdüsungsturm 1 folgender Abmessung:

Durchmesser D_1 :	3 600 mm
Höhe des zylindrischen Teiles H_1 :	1 200 mm
Höhe des kegelförmigen Abschnittes H_2 :	2 500 mm.

Der siphonartige Auslauffeile 2 besitzt eine Nennweite D_2 von 200 mm und ist so ausgebildet, daß er eine Höhe H_3 von 2 900 mm aufweist. Im Betriebszustand beträgt die Pegelhöhe H_4 des Wasserbades 3 650 mm. Nach dem Entsäuern der Chlorierlösung wird das in Lösung befindliche chlorierte Polyethylen analog wie im Beispiel 1 stabilisiert. Über eine am oberen Turmdeckel 4 angeordnete Zweistoffdüse 5 werden kontinuierlich 2 300 kg/h Chlorierlösung mit ca. 900 kg/h Wasserdampf mit einem Überdruck von 1 MPa und einer Temperatur von 200°C in den Turm gedrückt. Bezogen auf die Dimensionierung des Verdüsungsturmes beträgt die durchschnittliche Fallstrecke F der Chlorpolyethylen-Teilchen 2 000 mm.

Das Kreislaufwasser wird mit einer Pumpe 6 mit einer Förderleistung von 50 m³/h umgewälzt. In das im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 befindliche Wasserbad 3 wird mit einem Überdruck von 0,5 MPa und einer Temperatur von 150°C Wasserdampf in einer Menge von 150 kg/h eingeblasen. Dadurch wird das Wasserbad ständig aufgewirbelt und auf einer Temperatur von ca. 95°C gehalten. Das aus dem Wasserbad 3 über den siphonartigen Auslauffeile 2 ausgeschwemmte chlorierte Polyethylen ist feinteilig-flockig und neigt nicht zum Zusammenbacken. Es wird mittels eines Siebes 7 aus dem Kreislaufwasserstrom abgetrennt. Das wasserfeuchte Chlorpolyethylen besitzt einen Restlösungsmittelgehalt von 2,5 Gew.-% (gemessen wie im Beispiel 1). Von dem Siebband 7 aus gelangen die Chlorpolyethylen-Teilchen direkt in einen kontinuierlich

arbeitenden Doppelschneckenextruder 8 der Baugröße E 2.90.12 und werden bei eingestellten Zylindersolltemperaturen von 60 bis 70°C und einer Schneckendrehzahl von 180 U/min getrocknet und mit einer Durchsatzleistung von 120 kg/h als strangförmig-stückiges Produkt ausgetragen. Dieses wird anschließend mit der Mühle 9 auf eine Korngröße von <3 mm gemahlen. An dem erhaltenen Produkt wurde ein Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von 0,5 Gew.-% ermittelt (gemessen wie im Beispiel 1) und eine thermische Stabilität von 30 min, gemessen nach der Kongorotmethode bei 170°C.

Beispiel 3

Ein Polyethylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex $i_5 = 0,5 \text{ g}/10 \text{ min}$ wird in an sich bekannter Weise nach dem Lösungschlorierungsverfahren in Tetrachlorkohlenstoff auf einen Chorgehalt von 36,5 Gew.-% chloriert. Nach der Entsäuerung der Chlorierlösung weist diese einen Chlorpolyethylengehalt von 5,1 Gew.-% auf.

Die Abtrennung des chlorierten Polyethylens erfolgt analog wie im Beispiel 1 in einem Verdüsungsturm 1 folgender Abmessungen:

Durchmesser D_1 :	4 200 mm
Höhe des zylindrischen Teiles H_1 :	1 300 mm
Höhe des kegelförmigen Abschnittes H_2 :	2 800 mm.

Während des Betriebszustandes hat das Wasserbad 3 im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes eine Pegelhöhe H_4 von 1 000 mm. Nach dem Entsäuern der Chlorierlösung wird das in Lösung befindliche chlorierte Polyethylen analog wie im Beispiel 1 stabilisiert. Über die Zweistoffdüse 5 werden kontinuierlich 2 900 kg/h Chlorierlösung mit ca. 1 250 kg/h Wasserdampf mit einem Überdruck von 1 MPa und einer Temperatur von 200°C in den Turm gedrückt. Bezogen auf die Dimensionierung des Verdüsungsturmes beträgt die durchschnittliche Fallstrecke F der Chlorpolyethylen-Teilchen 3 000 mm. Das Kreislaufwasser wird mit einer Förderleistung von 70 m³/h umgewälzt. In das im kegelförmigen Abschnitt des Verdüsungsturmes 1 befindliche Wasserbad 3 wird mit einem Überdruck von 0,5 MPa und einer Temperatur von 150°C Wasserdampf in einer Menge von 200 kg/h eingeblasen.

Das über den siphonartigen Auslaufeil 2 ausgeschwemmte wasserfeuchte Chlorpolyethylen besitzt einen Restlösungsmittelgehalt von 1,5 Gew.-% (gemessen wie im Beispiel 1). Die anschließende Trocknung erfolgt in einem kontinuierlich arbeitenden Doppelschneckenextruder 8 der gleichen Baugröße wie in den Beispielen 1 und 2, bei Zylindersolltemperaturen von 70 bis 80°C und einer Schneckendrehzahl von 200 U/min. Das strangförmig-stückige Produkt wird mit einer Durchsatzleistung von 145 kg/h ausgetragen und anschließend mit der Mühle 9 auf eine Korngröße von <3 mm gemahlen.

An dem erhaltenen Produkt wurde ein Restlösungsmittelgehalt an Tetrachlorkohlenstoff von 0,2 Gew.-% ermittelt (gemessen wie in Beispiel 1) und eine thermische Stabilität von 30 min, gemessen nach der Kongorotmethode bei 170°C.

In Betracht gezogene Druckschriften:

DD-WP 54 810 C 08 F – 1/92

