

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
26. Oktober 2012 (26.10.2012)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2012/143459 A1

- (51) **Internationale Patentklassifikation:**
C08C 1/15 (2006.01) *C08F 36/18* (2006.01)
- (21) **Internationales Aktenzeichen:** PCT/EP2012/057191
- (22) **Internationales Anmeldedatum:**
19. April 2012 (19.04.2012)
- (25) **Einreichungssprache:** Deutsch
- (26) **Veröffentlichungssprache:** Deutsch
- (30) **Angaben zur Priorität:**
11163559.5 21. April 2011 (21.04.2011) EP
- (71) **Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US):** LANXESS DEUTSCHLAND GMBH [DE/DE]; 51369 Leverkusen (DE).
- (72) **Erfinder; und**
- (75) **Erfinder/Anmelder (nur für US):** NEUNER, Thomas-Oliver [DE/DE]; Büchnerstr. 18, 40721 Hilden (DE). STANGE, Heiner [DE/DE]; Tilmannstr.3, 41464 Neuss (DE). JOSTEN, Rolf [DE/DE]; Euskirchener Str. 62, 41469 Neuss (DE). FELLER, Rolf [DE/DE]; Klutenscheuer 4 c, 40822 Mettmann (DE). FIDAN, Mesut [TR/DE]; Andreasstr. 22, 41539 Dormagen (DE).
- (74) **Gemeinsamer Vertreter:** LANXESS DEUTSCHLAND GMBH; 51369 Leverkusen (DE).
- (81) **Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart):** AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) **Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart):** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Veröffentlicht:**
— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) **Title:** METHOD FOR OBTAINING AND ISOLATING POLYCHLOROPRENE SOLIDS

(54) **Bezeichnung :** VERFAHREN ZUR GEWINNUNG UND ISOLIERUNG VON POLYCHLOROPREN-FESTSTOFFEN

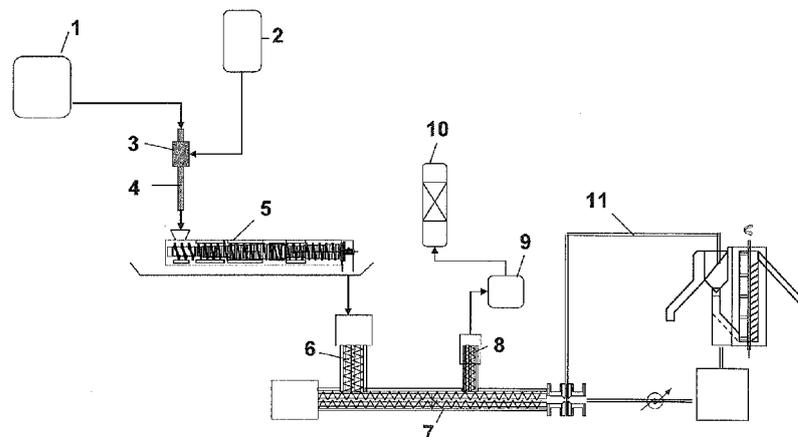


Fig. 1

(57) **Abstract:** The invention relates to methods for isolating and obtaining polychloroprene solids, wherein an aqueous polychloroprene dispersion is brought in contact with water vapor containing coagulant, whereby the polychloroprene solid coagulates.

(57) **Zusammenfassung:** Die Erfindung betrifft Verfahren zur Isolierung und Gewinnung von Polychloropren-Feststoffen, wobei eine wässrige Polychloropren-Dispersion mit Koagulationsmittel enthaltendem Wasserdampf in Kontakt gebracht wird, wodurch der Polychloropren-Feststoff koaguliert.



WO 2012/143459 A1

Verfahren zur Gewinnung und Isolierung von Polychloropren-Feststoffen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung und Isolierung von Polychloropren-Feststoffen auf Basis von Kautschuk-Dispersionen und die so hergestellten Polychloropren-Feststoffen.

- 5 Die Polychloropren-Herstellung ist seit langem bekannt. Durch radikalische Emulsionspolymerisation von Chloropren (2-Chlor-1,3-butadien) werden Latices aus Polychloropren hergestellt. Derartige Latices werden im Rahmen dieser Anmeldung auch als „Polychloropren-Latices“ oder „Polychloropren-Dispersionen“ bezeichnet.

- 10 Bei der Herstellung werden in einem wässrigen Medium die Monomere in einem Emulgatorsystem polymerisiert. Dieses ist in der Regel anionischer Natur, in seltenen Fällen kommen auch nichtionische oder kationische Systeme zum Einsatz. Der Temperaturbereich, in dem die Polymerisation durchgeführt wird, umfasst Werte von ca. 0°C bis über 80°C. Somit kann die Polymerisation durch thermisch zerfallende Radikalbildner initiiert werden oder durch Redoxsysteme. In der Regel kommen auch Molekulargewichtsregler wie
- 15 Mercaptane oder Xanthogendisulfide zum Einsatz. In einigen Fällen wird das Molekulargewicht des Endproduktes auch durch Copolymerisation mit Schwefel und anschließende Spaltung der dabei entstehenden sulfidischen Bindungen eingestellt. Der erwünschte Umsatz wird durch Abstoppen der Reaktion mit einem geeigneten Reagenz eingestellt.

- 20 In der weit überwiegenden Zahl der Fälle wird die so erhaltene Dispersion von Polychloropren in Wasser nachfolgend mittels Durchleiten von Wasserdampf entmonomerisiert. Ein Teil des dabei erhaltenen Produktes findet unmittelbar als Latex industrielle Verwendung, der größere Teil jedoch wird durch Koagulation von anhaftendem Wasser befreit und als festes Produkt seiner endgültigen Verwendung zugeführt.

- 25 Polychloropren-Feststoffe (sogenannter „CR-Feststoffe“) sowie daraus hergestellte Vulkanisate zeichnen sich bei entsprechendem Mischungsaufbau durch hohe Wetter- und Ozonbeständigkeit, durch Flammwidrigkeit, sehr gute Alterungseigenschaften, mittlere Ölbeständigkeit sowie durch beträchtliche Widerstandsfähigkeit gegen viele Chemikalien aus. Sie haben gute mechanische Eigenschaften, ein günstiges elastische Verhalten und ein
- 30 hohe Verschleißfestigkeit.

Vulkanisate aus Polychloropren-Latices (CR-Latices) weisen hinsichtlich Elastizität, Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Modul Werte auf, die denen von Naturlatex-Vulkanisaten

sehr ähneln, gleichzeitig zeigen sie auch eine gute Lösungsmittel-, Chemikalien-, Öl- und Fettbeständigkeit.

Wie oben erwähnt, geschieht die Abtrennung des CR-Feststoffes aus der Dispersion üblicherweise durch Koagulation. Hierzu sind eine Reihe verschiedener Verfahren bekannt.
5 Durch Mischen der Polychloropren-Latices mit einem Koagulationsmittel wird die Emulsion aufgebrochen. Zu diesem Zweck kann jedes gewöhnliches Koagulationsmittel verwendet werden. So kann man zum Beispiel aus CR-Latices, die unter alkalischen Bedingungen hergestellt wurden, der Feststoff durch Ansäuern, beispielsweise mit einer Mineralsäure oder einer organischen Säure, koagulieren. In vielen Fällen reicht das bloße Ansäuern zur
10 vollständigen Koagulation des Polychloroprens nicht aus, so dass man zusätzlich zur Säure noch starke Elektrolyte (Salze, die mehrwertige Kationen wie Mg^{2+} , Ca^{2+} oder Al^{3+} enthalten) zusetzen muss.

Nachteilig bei dieser Methode ist die große Menge an Säure bzw. Elektrolyte, um eine vollständige Ausfällung des Feststoffes zu erreichen. Dabei verbleiben relativ große Mengen an
15 Fällmittel im Produkt, was zu einer Verschlechterung wichtiger Produkteigenschaften führen kann. Daher wird der koagulierte Feststoff zur Entfernung des Fällmittels mit relativ großen Wassermengen gewaschen, was zu ökonomischen und ökologischen Problemen führt. Ferner fällt das Polychloropren teilweise in Form großer Klumpen aus, die in ihrem Inneren entweder noch ungefällten CR-Latex oder überschüssiges Fällmittel enthalten.

20 Auch ist aus dem Stand der Technik bekannt, die Koagulation durch Einwirkung höherer Temperaturen und/oder erhöhten Drücken sowie durch zusätzliche Einwirkung von Elektrolyten und Scherkräften zu ermöglichen. Ein derartiges Produkt wird einer erheblichen thermischen Belastung ausgesetzt, was zu einer Verschlechterung der Produkteigenschaften führt.

25 Üblicherweise wird Polychloropren aus wässrigen Dispersionen durch Ausfrieren abgetrennt. Dabei wird durch Abkühlen unter den Gefrierpunkt der wässrigen Phase der CR-Latex ausgefroren. Beim anschließenden Auftauen unter geeigneten Bedingungen liegt das Polychloropren als Koagulat vor und kann von der wässrigen Phase abgetrennt werden.

Um zu technisch ausreichend großen Koagulationsgeschwindigkeiten zu kommen, wird der
30 CR-Latex in dünnen Schichten ausgefroren. Dazu wurden von innen kühlbare Koagulationswalzen entwickelt, die rotierend in den CR-Latex eintauchen und dabei eine dünne Latexschicht beim Rotieren mitnehmen und auf der Oberfläche ausfrieren (US-B 2,187,146). Der dünne Film aus CR-Koagulat und Eis wird mit einem Schaber von der Walze abgenommen und weitergeleitet.

Aus dem Stand der Technik sind weitere Isolierungsverfahren bekannt. US 4,103,074 beschreibt ein Verfahren zur Koagulierung eines Polymer-Latex unter Verwendung eines Schneckenextruders, wobei der Polymer-Latex während der Förderung im Schneckengang koaguliert wird.

5 US 3,926,877 beschreibt ein Verfahren zur Isolierung eines CR-Kautschuks, wobei der CR-Latex mit einer wässrigen Rußdispersion gemischt wird, bevor dieser mit einem Koagulationsmittel versetzt wird. Das koagulierte Produkt wird aus der wässrigen Phase abgetrennt.

10 DE 30 31 088 C2 offenbart ein Verfahren zur Herstellung eines koagulierten Latex eines synthetischen Polymers, wobei ein gasförmiges oder flüssiges Koagulationsmittel in Form eines Nebels mittels einer Spraydüse auf das Polymerlatex-Tröpfchen aufgebracht wird, so dass Polymerkügelchen ausgefällt werden.

Das bekannteste und weitverbreitete Verfahren zur Isolierung von CR-Feststoffen ist das Gefrierkoagulationsverfahren. Dieses Verfahren weist ökologische und ökonomische Nachteile auf, da das auf der Walze ausgefrorene Koagulat sehr schwer von der Walze abzutrennen ist. Das vereiste Koagulat muss wieder aufgetaut und mit Wasser vom Emulgator befreit werden, was wiederum aus ökologischer Sicht nicht wünschenswert ist. Auch die danach anschließende mechanische Entwässerung des Koagulats bedarf viel Energiezufuhr und Zeit. Zur endgültigen Trocknung des Koagulats werden üblicherweise 15 Trocknungsöfen verwandt, in denen das restliche, im Produkt enthaltene Wasser entfernt wird.

Aufgabe der Erfindung ist es nun, ein Verfahren zur Gewinnung und Isolierung von Polychloropren-Feststoffen bereitzustellen, welches die oben genannten Nachteile nicht aufweist.

25 Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein Verfahren der Eingangs genannten Art vorgeschlagen, wobei eine wässrige Polychloropren-Dispersion mit Koagulationsmittel enthaltendem Wasserdampf in Kontakt gebracht wird, wodurch der Polychloropren-Feststoff koaguliert.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren koaguliert der CR Feststoff vorzugsweise in Strangform oder als Krümel.

30 Überraschenderweise wurde festgestellt, dass das erfindungsgemäße Verfahren bei allen Polychloropren-Dispersionen eingesetzt werden kann, unabhängig davon nach welchem herkömmlichen Polymerisationsverfahren diese hergestellt wurden.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist energieeffizienter, ressourcenschonender und damit umweltverträglicher.

Der ausgefällte Polychloropren-Feststoff wird anschließend aus der Koagulationssuspension abgetrennt und dann vorzugsweise in einer Entwässerungsvorrichtung entwässert.
5 Beispielsweise kann hier eine Seiher-Schnecke oder Entwässerungswalzen eingesetzt werden. Andere bekannte Entwässerungsvorrichtungen sind ebenfalls einsetzbar.

Anschließend wird der entwässerte Polychloropren-Feststoff mittels einer Trocknungsvorrichtung getrocknet. Es handelt sich bei der Trocknungsvorrichtung beispielsweise um einen Doppelwellenextruder, eine Trocknungsschnecke oder einen Trocknungsknetter.
10 Vorzugsweise können in der Trocknungsvorrichtung Additive und/oder Inerte zugesetzt werden. Hierdurch können die übrigen Produkteigenschaften des erfindungsgemäßen Polychloropren-Feststoffes für jede Anforderung auch nach der Aufarbeitung optimal beeinflusst werden. Additive zur Beeinflussung der Produkteigenschaften sind vorzugsweise zum Beispiel Stabilisatoren, Beschleuniger, Emulgatoren, Laugen, Alterungsschutzmittel
15 und viskositätsbeeinflussende Verarbeitungshilfsmittel. Es können alle herkömmlichen Additive eingesetzt werden. Inerte sind zum Beispiel Stickstoff, Argon, Kohlenstoffdioxid, welche zur Beeinflussung der Polymerschmelztemperaturen zugesetzt werden.

Der erfindungsgemäße Polychloropren-Feststoff wird bevorzugt mittels der
20 Unterwassergranulierung granuliert und gekühlt.

Vorzugsweise handelt es sich bei der Polychloropren-Dispersion um einen Latex, welcher mittels der Emulsionspolymerisation hergestellt wurde. Die Polymerisation erfolgt zwischen 5°C und 50 °C Polymerisationstemperatur. Der Polymerisationsumsatz liegt üblicherweise im Bereich von 50% bis 80% liegt. Nach der Polymerisation wird überschüssiges Monomer
25 mittels Vakuum-Entgasung auf einen Wert im Bereich von 1000ppm bis 1ppm entfernt. Emulsionspolymerisationsverfahren sind aus dem Stand der Technik bekannt und können hier eingesetzt werden.

Für die Polymerisation können neben Chloropren (2-Chlor-1,3-Butadien) optional auch noch ein oder mehrere verschiedene Co-Monomere, wie etwa 2,3-Dichlorbutadien, zur Steuerung
30 der Kristallisation zugesetzt werden.

Die Polychloropren-Dispersion, aus der der erfindungsgemäße CR-Feststoff gewonnen wird, weist vorzugsweise einen Feststoffanteil im Bereich von 20 bis 45 Gew.-% und einen

Gelanteil im Bereich von 0 bis 10 Gew.-% auf. Der Gelanteil kann jedoch auch gezielt erhöht werden.

5 Vorzugsweise wird der Koagulationsmittel enthaltende Wasserdampf aus Wasserdampf und einer wässrigen Koagulationsmittellösung gebildet. Als Koagulationsmittellösung wird bevorzugt eine wässrige Lösung eines Koagulationsmittels aus anorganischen Salzen, bevorzugt von Metallen der zweiten und dritten Hauptgruppe des Periodensystems, eingesetzt.

Als Koagulationsmittel wird bevorzugt Calciumchlorid, Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Aluminiumchlorid und/oder Aluminiumsulfat eingesetzt.

10 Vorzugsweise weist die Koagulationsmittellösung eine Koagulationsmittel-Konzentration zwischen 1 Gew.-% und 60 Gew.-%, bevorzugt zwischen 2 Gew.-% und 55 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 10 Gew.-% und 35 Gew.-%, bezogen auf die Koagulationsmittellösung, auf.

15 Bevorzugt wird die Polychloropren-Dispersion vor dem Kontakt mit dem Koagulationsmittel enthaltenden Wasserdampf verdünnt.

Dabei wird die Polychloropren-Dispersion vorzugsweise auf einen Feststoffgehalt von 38 Gew.-% bis 45 Gew.-%, bevorzugt von 28 Gew.-% bis 35 Gew.-% und besonders bevorzugt von 20 Gew.-% bis 28 Gew.-%, bezogen auf die Polychloropren-Dispersion, verdünnt.

20 Für die Verdünnung wird bevorzugt Wasser, besonders bevorzugt demineralisiertes Wasser eingesetzt.

25 Die Verdünnung ist insofern wichtig, da nicht nur das Verkleben und Verstopfen der Strömungs-/Koagulationsvorrichtung verhindert bzw. reduziert werden soll, sondern auch eine optimale Koagulation, bedingt durch den Kontakt zwischen der CR-Dispersion und dem Koagulationsmittel enthaltenden Wasserdampf, gewährleistet werden kann.

Besonders bevorzugt werden 80 bis 1000 kg Wasserdampf pro Tonne Feststoff der Polychloropren-Dispersion, bevorzugt 80 bis 300 kg Wasserdampf pro Tonne Feststoff der Polychloropren-Dispersion, eingesetzt.

30 Des Weiteren werden 10 bis 40 kg Koagulationsmittel pro Tonne Feststoff der Polychloropren-Dispersion, bevorzugt 10 bis 25 kg Koagulationsmittel pro Tonne Feststoff der Polychloropren-Dispersion, eingesetzt.

Für die Koagulation durchläuft die wässrige Polychloropren-Dispersion eine Strömungs-/Koagulationsvorrichtung, wobei die Strömungs-/ Koagulationsvorrichtung Aussparungen aufweist, durch die der Koagulationsmittel enthaltende Wasserdampf durchtreten kann und in der Strömungs-/Koagulationsvorrichtung auf die Polychloropren-Dispersion trifft. Dabei
5 koaguliert der erfindungsgemäße Polychloropren-Feststoff.

Bevorzugt wird der Polychloropren-Feststoff in der Entwässerungsvorrichtung bis zu einer Restfeuchte von 10 Gew.-% bis 15 Gew.-%, bevorzugt 1,0 Gew.-% bis 9 Gew.-%, bezogen auf den Polychloropren-Feststoff, entwässert.

In der Trocknungsvorrichtung wird der entwässerte Polychloropren-Feststoff vorzugsweise
10 bis zu einer Restfeuchte von 1 Gew.-% bis 1,5 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 Gew.-% bis 1 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt 0,1 Gew.-% bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf den entwässerten Polychloropren-Feststoff, getrocknet.

Am Ende der Trocknungsphase in der Trocknungsvorrichtung liegt der Polychloropren-Feststoff als Kautschukschmelze vor. Die Schmelze tritt durch eine Kopfplatte aus und wird
15 mit einer Schneidvorrichtung konfektioniert und in der Unterwassergranulierung durch Wasser gekühlt und transportiert.

Vorzugsweise wird dem Wasser in der Unterwassergranulierung ein Trennmittel zugesetzt. Als Trennmittel kommen hier beispielsweise Talkum, Metallstearate in Frage. Andere herkömmliche Trennmittel sind ebenfalls vorstellbar.

20 Der so hergestellte Polychloropren-Feststoff kann zur Herstellung von Vulkanisaten, Gummimischungen und Klebstoffen oder Klebstoffrohstoffen verwendet werden.

Nachstehend wird die Erfindung anhand einer Zeichnung näher erläutert:

Verfahren zur Isolierung und Gewinnung eines erfindungsgemäßen Polychloropren-Feststoffes

25 Fig. 1 zeigt einen schematischen Aufbau eines erfindungsgemäßen Verfahrens.

Zunächst wird eine Polychloropren-Dispersion nach herkömmlichem Verfahren hergestellt.

Herstellung einer Polychloropren-Dispersion

Die Herstellung einer Polychloropren-Dispersion erfolgt unter Einsatz der unten genannten Grundrezeptur (Angaben sind in Gew.-Teilen pro 100 Gew.-Teile eingesetztes Chloropren):

	125 Gew.-Teile	Wasser
	100 Gew.-Teile	Chloropren
	3 Gew.-Teile	Natrium Salz der disproportionierten Abietinsäure
	0,5 Gew.-Teile	Kaliumhydroxid
5	0,2 Gew.-Teile	n-Dodecylmercaptan
	0,5 Gew.-Teile	Natrium Salz der mit Formaldehyd kondensierten Naphthalinsulfonsäure

Die Polychloropren-Dispersion wird durch radikalische Emulsionspolymerisation zwischen 40°C und 45°C aus den vorgenannten Komponenten nach üblichen Methoden (z. B. Ullmanns Enciclopedia of Industrial Chemistry, Vol 23A, S. 252-262.) hergestellt. Die Polymerisation wird bei einem Umsatz zwischen 50% und 70% abgestoppt und die Dispersion durch Vakuum-Entgasung von Restmonomeren befreit.

Mithilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens wird diese Dispersion aufgearbeitet, das wie folgt beschrieben werden kann:

Die o. g. Polychloropren-Dispersion wird aus einem Lagerbehälter 1 in einer Strömungs-/Koagulationsvorrichtung 3 gefördert. Vor Einlauf in die Strömungs-/Koagulationsvorrichtung 3 kann die Polychloropren-Dispersion mit Wasser verdünnt werden.

Aus einem weiteren Lagerbehälter 2 wird das wässrige Koagulationsmittel, welches vorab mit Wasserdampf gemischt wurde, der Strömungs-/Koagulationsvorrichtung 3 zugeführt und über deren Aussparungen mit der Polychloropren-Dispersion in Kontakt gebracht. Hierbei wird die Polychloropren-Dispersion in der Strömungs-/Koagulationsvorrichtung 3 und im nachfolgendem Fällrohr 4 quantitativ gefällt wird.

Das Fällrohr 4 mündet in den Einzugsbereich der Entwässerungsvorrichtung 5, dort wird der erfindungsgemäße ausgefällte Polychloropren-Feststoff entwässert.

Der entwässerte Polychloropren-Feststoff wird entweder als Strang oder als Krümel der Trocknungsvorrichtung 7 zugeführt und getrocknet. Um die Produkteigenschaften des erfindungsgemäßen Polychloropren-Feststoffes zu beeinflussen, können in der Zuführschnecke 6 oder im nachfolgenden Bereich der Trocknungsvorrichtung 7 Additive oder Inerte zudosiert werden.

Über unter Vakuum stehende Döme 8 werden die Brüden abgezogen und die Rückhaltung von Kautschukpartikeln mit Stopfschnecken in den Dömen 8 gewährleistet. Hinter den Dömen 8 befinden sich Abscheider 9, in denen mitgerissene Kautschukpartikel abgeschieden und nachfolgend einem Abluftwäscher 10 zugeführt werden.

- 8 -

Die heiße Kautschukschmelze aus der Trocknungsvorrichtung 7 wird in der Unterwassergranulierung über eine Kopfplatte und Schneidmesser in Chips geschnitten. Das Abkühlen und der Transport der Chips erfolgt über einen Wasserstrom 11, der wahlweise mit Additiven (z.B. Trennmittel) versetzt sein kann

- 5 Die Chips werden zunächst über eine Siebrutsche vom Wasser getrennt. Die Restenergie der Chips verdampft das an der Oberfläche anhaftende Wasser. Ergänzend kann ein warmer Luftstrom das Entfernen des anhaftenden Wassers unterstützen.

Danach werden die Chips weiter abgekühlt und ggf. talkumiert. Anschließend werden sie in Säcke verwogen und auf Paletten oder in Kisten verpackt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Isolierung und Gewinnung von Polychloropren-Feststoffen, dadurch gekennzeichnet, dass eine wässrige Polychloropren-Dispersion mit Koagulationsmittel
5 enthaltendem Wasserdampf in Kontakt gebracht wird, wodurch der Polychloropren-Feststoff koaguliert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Polychloropren-Feststoff aus der Koagulationssuspension abgetrennt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Polychloropren-Feststoff mittels einer Entwässerungsvorrichtung entwässert wird.
10
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der entwässerte Polychloropren-Feststoff mittels einer Trocknungsvorrichtung getrocknet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass dem entwässerten Polychloropren-Feststoff in der Trocknungsvorrichtung Additive und/oder Inerte
15 zugesetzt werden.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der getrocknete, entwässerte, Polychloropren-Feststoff mittels der Unterwassergranulierung granuliert und gekühlt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Polychloropren-Dispersion ein Latex ist.
20
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Polychloropren-Dispersion mittels der Emulsionspolymerisation hergestellt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Koagulationsmittel enthaltende Wasserdampf mittels Wasserdampf und einer wässrigen
25 Koagulationsmittelösung gebildet wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass als Koagulationsmittelösung eine wässrige Lösung aus anorganischen Salzen (Koagulationsmittel), bevorzugt von Metallen der zweiten und dritten Hauptgruppe des Periodensystems, eingesetzt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass als Koagulationsmittel Calciumchlorid, Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Aluminiumchlorid und/oder Aluminiumsulfat eingesetzt wird.
- 5 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Koagulationsmittellösung eine Koagulationsmittel-Konzentration zwischen 1 Gew.-% und 60 Gew.-%, bevorzugt zwischen 2 Gew.-% und 45 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 10 Gew.-% und 35 Gew.-%, bezogen auf die Koagulationsmittellösung aufweist.
- 10 13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Polychloropren-Dispersion vor dem Kontakt mit dem Koagulationsmittel enthaltenden Wasserdampf verdünnt wird.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Polychloropren-Dispersion auf einen Feststoffgehalt von 38 Gew.-% bis 45 Gew.-%, bevorzugt von 28 Gew.-% - 35 Gew.-% und besonders bevorzugt von 20 Gew.-% - 28 Gew.-%, bezogen auf die Polychloropren-Dispersion verdünnt wird.
- 15 15. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass 80 kg bis 1000 kg Wasserdampf / t Feststoff der Polychloropren-Dispersion, bevorzugt 80 kg bis 250 kg Wasserdampf / t Feststoff der Polychloropren-Dispersion eingesetzt wird.
- 20 16. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass 10 bis 40 kg Koagulationsmittel / t Feststoff der Polychloropren-Dispersion, bevorzugt 10 kg bis 25 kg Koagulationsmittel / t Feststoff der Polychloropren-Dispersion eingesetzt wird.
- 25 17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrige Polychloropren-Dispersion eine Strömungs-/Koagulationsvorrichtung durchströmt, wobei die Strömungs-/Koagulationsvorrichtung Aussparungen aufweist, durch die der Koagulationsmittel enthaltende Wasserdampf durchtreten kann und in der Strömungs-/Koagulationsvorrichtung auf die Polychloropren-Dispersion trifft.
18. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Polychloropren-Feststoff in der Entwässerungsvorrichtung bis zu einer Restfeuchte von 10 Gew.-% bis 15 Gew.-%, bevorzugt 1,0 Gew.-% bis 9 Gew.-%, bezogen auf den Polychloropren-Feststoff entwässert wird.
- 30 19. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass der entwässerte Polychloropren-Feststoff in der Trocknungsvorrichtung bis zu einer Restfeuchte von 1 Gew.-% bis 1,5 Gew.-%, bevorzugt 0,5 Gew.-% bis 1 Gew.-%, besonders bevorzugt

0,1 Gew.-% bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf den entwässerten Polychloropren-Feststoff aufweist.

- 5 20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass der getrocknete Polychloropren-Feststoff am Ende der Trocknungsphase in der Trocknungs-
vorrichtung als Kautschukschmelze vorliegt.
21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass dem Wasser in der Unterwassergranulierung Trennmittel zugesetzt werden.

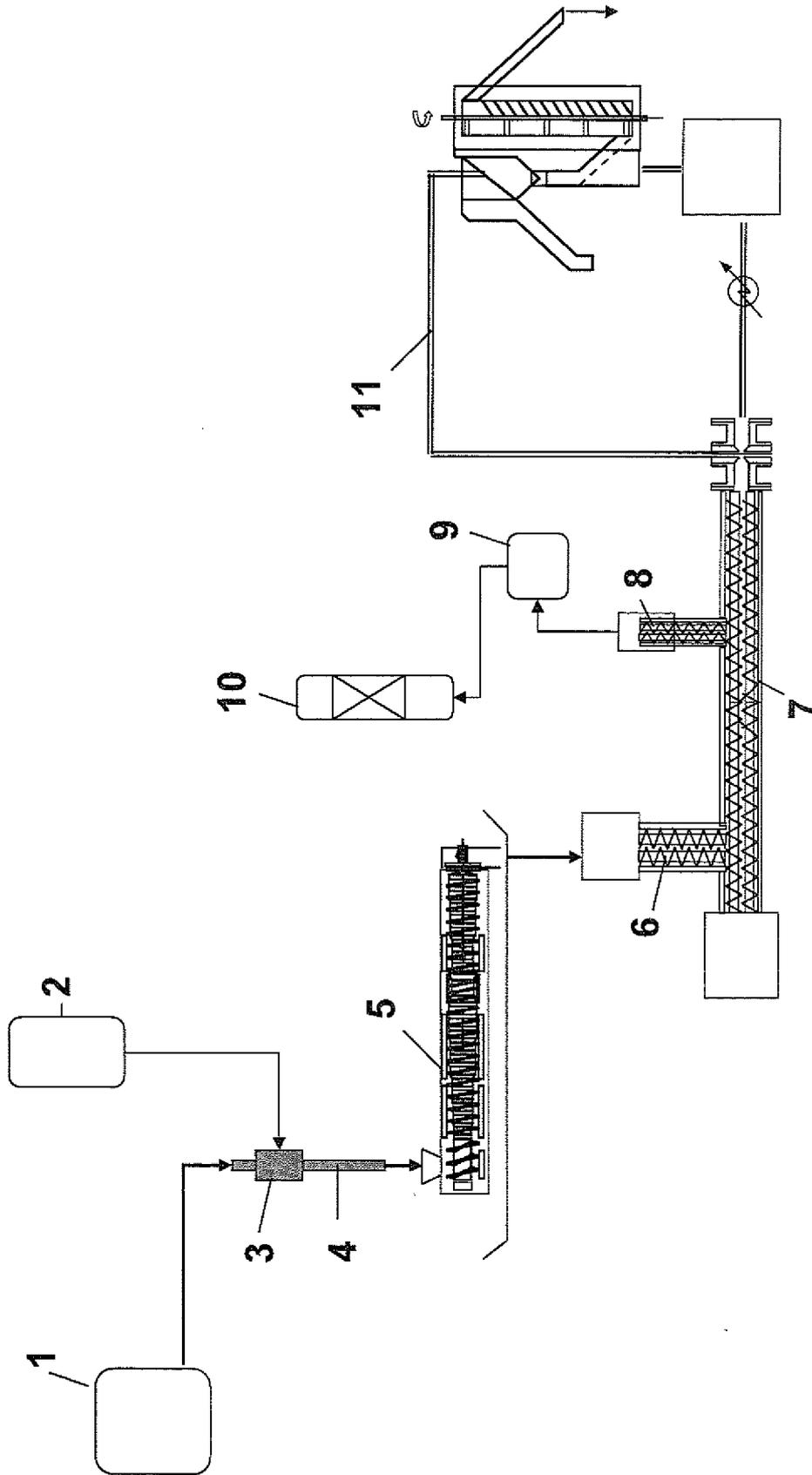


Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/057191

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C08C1/15 C08F36/18
ADD.
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C08C C08F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 437 509 A (COISNE HUBERT JEAN MARIE) 8 April 1969 (1969-04-08) abstract; claims column 1, line 30 - line 59 column 2, line 57 - line 60 -----	1,7-10
Y	US 4 539 396 A (YASUI HIDEO [JP] ET AL) 3 September 1985 (1985-09-03) abstract; claims; figure; example 1 -----	1-21
Y	EP 0 353 802 A1 (SHELL INT RESEARCH [NL]) 7 February 1990 (1990-02-07) abstract; claims 1,11; figure 1 page 2, lines 1-5 page 2, line 37 - line 43 page 3, line 51 - page 4, line 1 -----	1-21
	-/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 14 June 2012	Date of mailing of the international search report 22/06/2012
---	--

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Mettler, Rolf-Martin
--	--

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/057191

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	GB 1 397 658 A (POLYSAR LTD) 18 June 1975 (1975-06-18) claims 1,7; figure 1 page 3, line 21 - line 24 page 3, line 80 - line 88 -----	1-21

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/057191

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3437509	A	08-04-1969	BE 663201 A 17-08-1965
			DE 1569119 A1 06-11-1969
			ES 312379 A1 01-03-1966
			GB 1121651 A 31-07-1968
			NL 6505471 A 01-11-1965
			US 3437509 A 08-04-1969

US 4539396	A	03-09-1985	BR 8206671 A 04-10-1983
			DE 3271046 D1 12-06-1986
			EP 0080147 A2 01-06-1983
			JP 1019404 B 11-04-1989
			JP 1536981 C 21-12-1989
			JP 58087102 A 24-05-1983
			US 4539396 A 03-09-1985

EP 0353802	A1	07-02-1990	BR 8903383 A 13-02-1990
			DE 68905258 D1 15-04-1993
			DE 68905258 T2 15-07-1993
			EP 0353802 A1 07-02-1990
			ES 2039067 T3 16-08-1993
			JP 2067304 A 07-03-1990

GB 1397658	A	18-06-1975	CA 973996 A1 02-09-1975
			DE 2357387 A1 18-07-1974
			FR 2207144 A1 14-06-1974
			GB 1397658 A 18-06-1975
			IN 139177 A1 15-05-1976
			IT 1004644 B 20-07-1976
			JP 50063088 A 29-05-1975

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. C08C1/15 C08F36/18 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) C08C C08F		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 3 437 509 A (COISNE HUBERT JEAN MARIE) 8. April 1969 (1969-04-08) Zusammenfassung; Ansprüche Spalte 1, Zeile 30 - Zeile 59 Spalte 2, Zeile 57 - Zeile 60 -----	1,7-10
Y	US 4 539 396 A (YASUI HIDEO [JP] ET AL) 3. September 1985 (1985-09-03) Zusammenfassung; Ansprüche; Abbildung; Beispiel 1 -----	1-21
Y	EP 0 353 802 A1 (SHELL INT RESEARCH [NL]) 7. Februar 1990 (1990-02-07) Zusammenfassung; Ansprüche 1,11; Abbildung 1 Seite 2, Zeilen 1-5 Seite 2, Zeile 37 - Zeile 43 Seite 3, Zeile 51 - Seite 4, Zeile 1 ----- -/--	1-21
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absenddatum des internationalen Recherchenberichts	
14. Juni 2012	22/06/2012	
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Mettler, Rolf-Martin	

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	GB 1 397 658 A (POLYSAR LTD) 18. Juni 1975 (1975-06-18) Ansprüche 1,7; Abbildung 1 Seite 3, Zeile 21 - Zeile 24 Seite 3, Zeile 80 - Zeile 88 -----	1-21

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2012/057191

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 3437509	A	08-04-1969	BE 663201 A 17-08-1965
			DE 1569119 A1 06-11-1969
			ES 312379 A1 01-03-1966
			GB 1121651 A 31-07-1968
			NL 6505471 A 01-11-1965
			US 3437509 A 08-04-1969

US 4539396	A	03-09-1985	BR 8206671 A 04-10-1983
			DE 3271046 D1 12-06-1986
			EP 0080147 A2 01-06-1983
			JP 1019404 B 11-04-1989
			JP 1536981 C 21-12-1989
			JP 58087102 A 24-05-1983
			US 4539396 A 03-09-1985

EP 0353802	A1	07-02-1990	BR 8903383 A 13-02-1990
			DE 68905258 D1 15-04-1993
			DE 68905258 T2 15-07-1993
			EP 0353802 A1 07-02-1990
			ES 2039067 T3 16-08-1993
			JP 2067304 A 07-03-1990

GB 1397658	A	18-06-1975	CA 973996 A1 02-09-1975
			DE 2357387 A1 18-07-1974
			FR 2207144 A1 14-06-1974
			GB 1397658 A 18-06-1975
			IN 139177 A1 15-05-1976
			IT 1004644 B 20-07-1976
			JP 50063088 A 29-05-1975
