



(10) **DE 10 2018 102 811 A1** 2019.08.08

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2018 102 811.3**
(22) Anmeldetag: **08.02.2018**
(43) Offenlegungstag: **08.08.2019**

(51) Int Cl.: **B29C 48/76 (2019.01)**
B29B 17/00 (2006.01)
B01D 1/22 (2006.01)
B29C 48/395 (2019.01)
B29C 48/25 (2019.01)

(71) Anmelder:
Cleyond AG, 87700 Memmingen, DE

(74) Vertreter:
**Manitz Finsterwald Patent- und
Rechtsanwaltspartnerschaft mbB, 80336
München, DE**

(72) Erfinder:
**Gnam, Hans-Jürgen, Prof., 87700 Memmingen,
DE; Gloor, René, 87700 Memmingen, DE;
Balikavlayan, Tamer, 87700 Memmingen, DE**

US	6 031 142	A
EP	0 644 230	B1
EP	1 124 908	B1
EP	1 646 678	B1
EP	2 550 148	B1
WO	2010/ 089 137	A2
CA	617 788	A
JP	2002- 3 639	A

(56) Ermittelte Stand der Technik:

DE	41 13 336	C1
DE	26 12 827	A1
DE	10 2014 114 831	A1
DE	10 2016 106 726	A1
DE	600 12 778	T2
DE	601 13 973	T2
DE	690 33 888	T2
DE	699 18 586	T2
DE	60 2005 003 814	T2
US	6 239 225	B1
US	6 348 636	B1
US	2006 / 0 089 487	A1
US	2008 / 0 047 671	A1

BOYSEN, M. [u.a.]; CARLOWITZ, Bodo
(Hrsg.): Kapitel 5 : Physikalische, physikalisch-
chemische und chemische Eigenschaften und
ihre Prüfung. In: Die Kunststoffe : Chemie,
Physik, Technologie. Neuausg. München :
Hanser, 1990 (Kunststoff Handbuch ; 1). S. 842-
849. - ISBN 3-446-14416-1

**BURELL, H.; BRANDRUP, J. ; IMMERGUT,
E. H. (ed.): Chapter IV : Solution properties -
15. Solubility parameter values. In: Polymer
handbook. 2. ed. New York : Wiley, 1975. S. IV-337
- IV-359. - ISBN 0-471-09804-3**

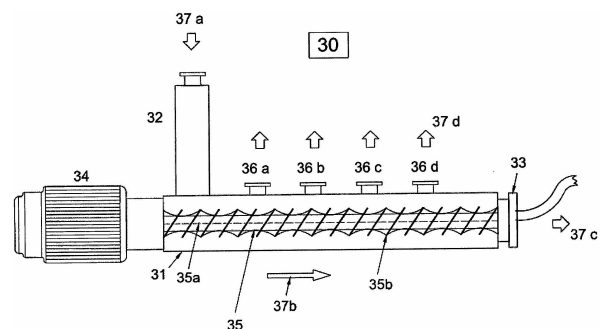
**KREVELEN, D. W. van: Properties of
polymers : their correlation with chemical
structure; their numerical estimation and
prediction from additive group contributions. 3.
ed. Amsterdam : Elsevier, 1990. S. 200-203. - ISBN
0-444-88160-3**

Rechercheantrag gemäß § 43 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Extruder, Anlage mit einem Extruder, Verfahren zur Herstellung von Zielpolymerprodukten aus einem kunststoffhaltigen Material aus einer Lösung unter Verwendung eines solchen Extruders**

(57) Zusammenfassung: Ein Extruder (30) hat ein Gehäuse (31), einen ersten Materialeinlass (32) für ein Gemisch (46) mindestens eines Lösungsmittel und gelöstem Mittel, einen Materialauslass (33), eine im Gehäuse drehbare Schnecke (35), einen Schneckenantrieb (34) und mindestens einen Destillationsbereich (36a-d) zwischen Einlass (32) und Auslass (33), der einen Austritt von Lösungsmittel gestattet, und eine Ableitung (43 - 45) für das Lösungsmittel.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft einen Extruder sowie eine Anlage mit einem solchen Extruder, und ein Verfahren zur Herstellung von Zielpolymerprodukten aus einem kunststoffhaltigen Material, wie z.B. einem sortenreine Zielpolymer oder einem Verbundmaterial, das das Zielpolymer enthält, aus einer Lösung unter Verwendung eines solchen Extruders, und die Zielpolymerprodukte, die nach diesem Verfahren bzw. mit der Anlage erhältlich sind. Sie betrifft insbesondere die Herstellung dieser Zielpolymerprodukte aus Produktionsabfällen von Verbundmaterialien.

[0002] Großtechnische Verfahren müssen die kostengünstige Herstellung von Produkten ermöglichen. Wesentliche Kostenfaktoren sind hierbei die Energiekosten, die Rohstoffkosten, der Zeitaufwand für die Herstellung eines Produktes und die Kosten für den Anlagenbau. Insbesondere im Zusammenhang mit den Rohstoffkosten gewinnen werkstoffliche Recyclingverfahren immer mehr an Bedeutung. Recyclingverfahren, bei denen Altmaterialien oder einzelne Bestandteile davon werkstofflich wiederverwertet werden, haben den großen Vorteil, dass die als Rohstoff dienenden Ausgangsmaterialien kostenlos oder kostengünstig zur Verfügung stehen. Wie andere Verfahren müssen aber auch Recyclingverfahren energieeffizient und von großer Wertschöpfung sein und auch die sonstigen Erfordernisse, wie eine einfache, schnelle Aufarbeitung großer Mengenströme in einer möglichst unkomplizierten Apparatur ermöglichen.

[0003] Wegen ihrer vielfältigen Vorteile werden immer mehr Produkte aus Polymeren oder Verbundmaterialien, die Polymere enthalten, hergestellt. Es gibt jedoch auch Nachteile im Zusammenhang mit Produkten aus Polymeren. Die Primärproduktion dieser Materialien ist energieaufwändig. Es werden große Mengen an Erdölprodukten benötigt. Ganz besonders die Entsorgung der Altmaterialien aus Polymeren stellt ein immer größer werdendes Problem dar. Beispielsweise ist die Entsorgung von Polymeren in Deponien gesetzlich nicht mehr erlaubt. Die Verbrennung oder Verölung von Polymerabfällen führen zu einem Downcycling aus werkstofflicher Sicht. Außerdem werden Polymere in Abfällen zunehmend als wertvolle Rohstoffquelle für eine Wiederverwertung in neuen Produkten wahrgenommen. Es besteht daher ein Bedarf an werkstofflichen Recyclingtechniken insbesondere für kunststoffhaltige Verbundmaterialien, die mit herkömmlichen Verfahren nicht getrennt werden können.

[0004] Bei der Herstellung von Polymerprodukten aus kunststoffhaltigen Materialien treten verschiedene technische Probleme auf. Ein erstes Problem besteht darin, dass Recyclingverfahren ebenso wie die Primärproduktion energie- und materialaufwändig

sein können. Ein zweites Problem besteht darin, dass sich Polymere als Duomere, Elastomere und Thermoplaste in ihrer makromolekularen Struktur unterscheiden und ihrer chemischen Zusammensetzung üblicherweise so verschieden ist, dass die Aufarbeitung polymerspezifisch gestaltet werden muss. Ein drittes Problem besteht darin, dass Polymere immer umfangreicher in Verbundmaterialien eingesetzt werden, in denen sie mit weiteren Polymeren sowie Metallen oder anderen Feststoffen fest verbunden sind. Zudem können die kunststoffhaltigen Materialien mit Additiven, wie Farbstoffen, verstärkenden Füllstoffen oder Pigmenten, versehen sein. Beim Recycling solcher Verbundmaterialien müssen die Begleitstoffe der Zielpolymer vollständig abgetrennt werden, was technisch schwierig sein kann. Ein weiteres Problem besteht darin, dass die Zielpolymer in Verbundmaterialien, die häufig Mehrschichtmaterialien darstellen, durch andere Materialien kaschiert werden und damit einem Recycling nur schwierig zugänglich sind.

[0005] Ein erster Aspekt der vorliegenden Erfindung betrifft das Herstellen von Zielpolymerprodukten aus recycelten Zielpolymeren, insbesondere Thermoplasten, die als sortenreine Polymere vorliegen oder als Bestandteil in einem Verbundmaterial enthalten sind unter Lösung der obigen Probleme. Ein zweiter Aspekt der vorliegenden Erfindung betrifft das Einbringen großer Mengen an Additiven in die isolierten Zielpolymerprodukte als Teil des Verfahrens zur Gewinnung von additivhaltigen Zielpolymerprodukten.

[0006] Anders als Elastomere und Duomere können Thermoplaste auf Grund ihrer geradkettigen Struktur in organischen Lösemitteln gelöst werden. Ein bekanntes Verfahren zum Recyceln von Thermoplasten besteht daher darin, einen Thermoplasten in einem organischen Lösemittel zu lösen und ihn pulverförmig aus der Lösung wiederzugewinnen. Die Erzielung und Beibehaltung des bevorzugten pulverförmigen Zustands erweist sich als schwierig, wenn bei erhöhten Temperaturen gearbeitet wird. Beim Erwärmen geht ein pulverförmiger Thermoplast bei der Glasübergangtemperatur zunächst in den gummielastischen Zustand über, in dem die Partikel miteinander verkleben. Beim weiteren Erwärmen schmelzen die Partikel, wobei üblicherweise eine zähflüssige Masse entsteht. Wird anschließend die zähflüssige Masse wieder abgekühlt, bilden sich wegen der makromolekularen Struktur der Polymere häufig gummiartige oder glasartige oder sogar klebrige Agglomerate. Eine Rückkehr in den pulverförmigen Zustand, der für die Verpackung, die Lagerung, den Transport und die weitere Verarbeitung von Thermoplasten vorteilhaft ist, ist üblicherweise nicht einfach möglich. Bei dem Verfahren hier muss daher dafür gesorgt werden, dass das Zielpolymer als körniges oder pulverförmiges Zielpolymerprodukt anfällt und dass die weitere Aufarbeitung bis hin zum handelsfähigen Zielpo-

lymerprodukt aus dem Zielpolymer so gestaltet wird, dass es nicht zu einem Verschmelzen der Zielpolymerpartikel zu glasartigen Massen kommt.

[0007] Erfindungsgemäß wird unter Zielpolymerprodukt jedes Produkt verstanden, das bei der Durchführung eines der erfindungsgemäßen Verfahren erhalten wird. Unter den Begriff „Zielpolymerprodukt“ fallen demnach die Zielpolymerprodukte, bei denen es sich um Zielpolymer handelt, die einen Restgehalt an Wasser und/oder Lösemittel aufweisen können, ferner die Zielpolymerprodukte, die daraus durch vollständige Trocknung wasserfrei und/ oder lösemittelfrei herstellbar sind sowie die Zielpolymerprodukte, in die gezielt Additive wie Ruß oder verstärkende Füllstoffe eingebracht worden sind. Unabhängig von dieser Definition werden in der vorliegenden Beschreibung Zielpolymerprodukte teilweise aber auch verkürzt einfach als Zielpolymer bezeichnet.

[0008] Ein Recyclingverfahren, bei dem Zielpolymer pulverförmig anfallen, besteht aus dem selektiven Auflösen eines wasserunlöslichen Zielpolymer in einem organischen Lösemittel und seiner Fällung aus der Polymerlösung mit Hilfe von Wasser. Für die Fällung kann die Polymerlösung in flüssiges Wasser eingebracht werden. Alternativ kann die Polymerlösung vorgelegt werden und dann das flüssige Wasser zugegeben werden. Hierbei entsteht vor allem bei Raumtemperatur häufig ein pulverförmiges Zielpolymer in einer großen Menge eines Wasser-Lösemittel-Gemischs.

[0009] In EP 1 124 908 B1 wird ein Verfahren zur Herstellung von farbstoffhaltigen Polymerpartikeln beschrieben, die in einer Matrix eines im Wesentlichen wasserunlöslichen Polymers mindestens einen Farbstoff enthalten. Die Polymerpartikel werden aus einer Lösung des Polymers und des Farbstoffs in einem mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittel durch Zugabe einer wässrigen Phase gefällt.

[0010] EP 0 644 230 B1 betrifft ein Verfahren zur Auf- bzw. Umarbeitung von Polyolefingranulaten, -folien oder -platten und Polyolefine enthaltenden Verbundmaterialien zum nahezu vollständigen stofflichen Recyclieren der Einzelkomponenten. Ein Polymeranteil wird in einem Lösungsmittel gelöst. Olefinische Polymere werden beispielsweise in Cycloalkanen gelöst und mit einer wässrigen Tensidlösung gefällt.

[0011] EP 1 646 678 B1 offenbart ein Verfahren zur Rückgewinnung mindestens eines Polymers, das gelöst in einem Lösemittel vorliegt, durch Fällung mit Wasser. Nach dem Lösen des Polymers kann ein Additiv zu der Lösung gegeben werden.

[0012] In US 2008/47671 A1 wird ein Verfahren zur Rückgewinnung eines in einem Lösemittel gelösten Polymers beschrieben. Zu dem homogenen Medium wird Wasser gegeben. Aus dem gebildeten heterogenen Medium wird das Lösemittel durch Erhitzen und Verdampfen entfernt. Das homogene Medium kann Additive enthalten.

[0013] Allerdings werden obige Verfahren bisher großtechnisch nicht eingesetzt, obwohl dazu ein umfangreicher Stand der Technik vorliegt, insbesondere da sich das Entfernen des Lösemittels im Zusammenhang mit dem Zustand, in dem das Zielpolymer gewonnen wird, als sehr aufwändig darstellt.

[0014] Die DE102014114831 A1 und die DE2016106726A1 beschreiben ein Verfahren zur Herstellung von Zielpolymerprodukten aus kunststoffhaltigen Materialien. Eine Lösung mit dem Zielpolymerprodukt wird nacheinander unter Zugabe von Wasserdampf in einem Fallfilmverdampfer, einem Dünnschichtverdampfer und in einer Vakuumschnecke getrocknet und auf die gewünschte Restfeuchte des Lösungsmittels gebracht.

[0015] Weitere Druckschriften sind DE4113336C1, DE60012778T2, DE60113973T2, DE69033888T2, DE69918586T2, DE602005003814T2, US6239225B1, US6348636B1, US6031142A, CA617788A, JP2002-003639A, JP2002003639A, WPIX-Abstract 2002-287204 200233] WPIX/STN, „Properties of Polymers“, D. W. van Krevelen, 1990, S. 200-202 - „Polymer Handbook“, J. Brandrup und E. H. Immergut, Hrsg. 2. Auflage S. IV-337 bis IV- 359 - Kunststoff-Handbuch, Bd. 1 Die Kunststoffe, Hrsg. G. W. Becker, D. Braun; München, Wien, Hanser, 1990, S. 842 ff, insbesondere Tabelle 5.39 auf S. 843

[0016] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, Gerätschaften, Anlagen und Verfahren anzugeben, die effizient einer aufkonzentrierten Zielpolymerlösung weitere Feuchtigkeit, insbesondere Lösungsmittel und/oder Wasser, entziehen können.

[0017] Diese Aufgabe wird mit den Merkmalen der unabhängigen Ansprüche gelöst.

[0018] Ein Extruder hat ein Gehäuse, einen ersten Materialeinlass für ein Gemisch mindestens aus Lösungsmittel und gelöstem Mittel, einen Materialauslass, eine Schnecke mit Schneckenantrieb, mindestens einen Destillationsbereich zwischen Einlass und Auslass, der einen Austritt von Lösungsmittel und/oder Wasser aus dem Gemisch gestattet, und eine Ableitung für das ausgetretene Lösungsmittel. Eine Anlage zur Herstellung des Zielpolymerprodukts hat mindestens einem Fallfilmverdampfer und/oder einem Dünnschichtverdampfer und einen daran angeschlossenen Extruder mit einem Destillationsbe-

reich zur Ableitung von Lösungsmittel und/oder Wasser zwischen Einlass und Auslass des Extruders.

[0019] In einem Verfahren zum Abtrennen eines Lösungsmittels aus einer Lösung wird die Lösung in einen Extruder gegeben, der mindestens einen Destillationsbereich aufweist, an dem Lösungsmittel aus der Oberfläche der Lösung austritt und abgeleitet wird.

[0020] Eine mögliche Anwendung der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines festen, vorzugsweise körnigen, krümeligen oder pulverförmigen Zielpolymerprodukts aus einer Zielpolymerlösung, das folgende Schritte umfasst: a) Herstellen der Zielpolymerlösung durch Auflösen des Zielpolymeres in einem Lösemittel oder Herauslösen des Zielpolymeres mit einem Lösemittel aus einem Verbundmaterial und Abtrennen der Zielpolymerlösung von den unlöslichen Bestandteilen, b) Aufkonzentrieren der Zielpolymerlösung, die eine Temperatur oberhalb von 100 °C oder von mindestens der Siedetemperatur von Wasser aufweist, vorzugsweise durch Inkontaktbringen der Zielpolymerlösung mit Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur des Wassers, wodurch ein Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben wird, und weiteres Aufkonzentrieren mit dem beschriebenen Extruder, bis das Zielpolymerprodukt in Form eines zäh verformbaren Feststoffstrangs anfällt, wobei die Temperatur der Zielpolymerlösung beim Austreiben des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs unter der Siedetemperatur der Zielpolymerlösung bleibt.

[0021] Wenn nach dem Extruderausgang eine weitere mechanische Bearbeitung des Zielpolymerprodukts gewünscht ist, etwa um körniges oder krümeliges oder pulverförmiges Material zu erhalten, kann dies in dem Extruder folgenden Gerätschaften erreicht werden, etwa einer Mühle oder ähnlichen Anlageteilen.

[0022] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind weiterhin die additivhaltigen oder additivfreien Zielpolymerprodukte, die nach dem obigen bzw. nachfolgend beschriebenen Verfahren und/oder mit dem beschriebenen Extruder und der Gesamtanlage erhältlich sind.

[0023] Das Zielpolymerprodukt kann in Form eines Masterbatch vorliegen, das als Trägerstoff für Pigmente dienen kann und das insbesondere ein Polyolefin, ganz besonders ein Polyethylen, als Zielpolymer umfasst, das mindestens 40 Gew.-%, vorteilhaft mindestens 50 Gew.-% und noch besser mindestens 60 Gew.-% Ruß enthält. Der Ruß kann ein Ruß als Additiv zur Farbpigmentierung als auch als spezieller Ruß zur Erlangung von elektrischer Leitfähigkeit in Kunststoffen sein.

[0024] Das Zielpolymerprodukt kann auch ein Compound sein, das insbesondere ein Polyolefin, ganz besonders ein Polypropylen, als Zielpolymer umfasst, das verstärkende Füllstoff aus Talkum und/oder Fasern mit besonders großen Faserlängen enthält, wobei die Faserlängen über 1 mm, typischerweise bei 1 bis 1,5 mm, ganz besonders über 2 mm oder über 3 mm liegen können.

[0025] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist außerdem ein Verfahren, bei dem ein lösemittelhaltiges Polymer, insbesondere Polyolefin, ganz besonders Polyethylen, mit oder ohne Additivzusatz ggf. unter Zuhilfenahme des beschriebenen Extruders nur so weit getrocknet wird, dass ein Zielpolymerprodukt mit einem Restgehalt an Lösemittel im Bereich von 1 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-%, vorliegt.

[0026] Die Polymerprodukte, insbesondere Polyolefine, ganz besonders Polyethylene oder Polypropylene, können 1 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% Lösemittel enthalten.

[0027] Die Zielpolymerprodukte, insbesondere Polyolefine, wie Polyethylene und Polypropylene, können Ruß(e) und/oder Talkum und/oder verstärkende Füllstoffe mit besonders langen Fasern über 1 mm enthalten und können 1 bis 7 Gew.-% und vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% Lösemittel enthalten, was die Materialeigenschaften des Gemischs beim Dispergieren und Granulieren verbessert.

[0028] Unter Zielpolymer wird jedes Polymer verstanden, das durch das erfindungsgemäße Verfahren bzw. mittels des beschriebenen Extruders oder der Gesamtanlage in ein festes und womöglich körniges und/oder pulverförmiges festes und ggf. mit Additiven vermisches Zielpolymerprodukt übergeführt werden kann.

[0029] Das Verfahren kann der Separierung von Verbundstoffen und/oder dem Einarbeiten von Additiven in ein Polymer dienen. Es wird in einem Schritt a) zunächst eine Zielpolymerlösung hergestellt. Die Zielpolymerlösung kann durch Auflösen eines sortenreinen Zielpolymeres hergestellt werden, das durch ein Recyclingverfahren aufgearbeitet werden soll. Das Zielpolymer kann aber auch Bestandteil eines zu recycelnden Verbundmaterials sein. In diesem Fall wird das Zielpolymer durch das Lösemittel selektiv aus dem Verbundwerkstoff herausgelöst, während die anderen Bestandteile des Verbundwerkstoffs einen festen Rückstand bilden, der beispielsweise durch Filtern oder Zentrifugieren abgetrennt wird.

[0030] In einem weiteren Schritt b) bzw. in weiteren Anlagenteilen erfolgt dann das Austreiben des Lösungsmittels aus der Lösung, darunter eine Destillation des Lösungsmittels aus der Lösung. Hierbei

kommt in einem eher späten Verfahrensschritt dann der genannte Extruder zum Einsatz.

[0031] Durch das erfindungsgemäße Verfahren können Polymerabfälle effizient recycelt und gleichzeitig Zielpolymerprodukte gewonnen werden. Es kann sich um Produktionsabfälle und Verbrauchsabfälle handeln. Die Produktionsabfälle stammen von Urformverfahren, wie der Polymerverarbeitung zur Fertigung von Formteilen, Halbzeugen, Fasern oder Folien durch Spritzgießen, Extrudieren, Kalandrieren, Rotationsformen, Schäumen, Blasformen oder ähnliches. Die bei diesen Produktionsverfahren anfallenden Polymerabfälle werden in Schritt a) in einem geeigneten organischen Lösemittel gelöst. Um den Lösungsvorgang zu verbessern, kann die Schichtstruktur des Folienmaterials vor dem Lösen durch ein Vorgranulieren zerstört werden. Durch das Vorgranulieren wird gewährleistet, dass alle Polymerschichten der Mehrschichtfolie mit dem Lösemittel in Kontakt kommen.

[0032] Das Verfahren kann mit unpolaren oder polaren Zielpolymeren durchgeführt werden. Beispiele für unpolare Zielpolymeren sind Polyolefine, wie Polyethylene (PE) und Polypropylene (PP). Das Polyethylen kann ein Polyethylen hoher Dichte (HDPE), ein Polyethylen niedriger Dichte (LDPE), ein lineares Polyethylen niedriger Dichte (LLDPE), ein hochmolekulares Polyethylen (PE-HMW) oder ein ultrahochmolekulares Polyethylen (PE-UHMW) sein. Als polare Zielpolymeren kommen beispielhaft Polyvinylchlorid (PVC), Polyvinylidenchlorid (PVDC), Polystyrole (PS), modifizierte Polystyrole, Styrolcopolymeren, Polyacrylate, Polymethacrylate, Polyester, wie Polyethylenterephthalat (PET) oder Polybutylenterephthalat (PBT), Polyamide und Polycarbonate in Betracht. Diese Aufzählung ist nicht einschränkend oder abschließend zu verstehen. Das erfindungsgemäße Verfahren kann mit jedem Polymer durchgeführt werden, das durch Lösen in einem organischen Lösemittel in eine Lösung übergeführt werden kann.

[0033] Das Verfahren wird vorzugsweise als Verfahren für das Recycling von sortenreinen Polyolefinen oder von Polyolefinen, die in einem Verbundmaterial enthalten sind, und gleichzeitig als Herstellungsverfahren für Polymerprodukte verwendet. Als Polymerprodukte sind in diesem Zusammenhang vor allem Polymere mit Additiven zu verstehen, die gegenüber den Polymeren als Neuware beabsichtigt und gewollt veränderte Eigenschaften aufweisen.

[0034] Ein erstes Beispiel für ein derartiges Verbundmaterial ist eine Mehrschichtfolie, die mindestens eine Schicht aus Polyethylen als Zielpolymer und mindestens eine Schicht aus Polyamid enthält. In diesem Fall kann das Polyethylen mit Hilfe eines unpolaren Lösemittels beispielsweise bei einer Temperatur von etwa 100 °C aus dem Verbundmaterial

herausgelöst werden, wobei das Polyamid als Feststoff zurückbleibt. Weitere Beispiele für Mehrschichtfolien sind PP/PA-Mehrschichtfolien, wie Filtermaten, PP/PET-Mehrschichtfolien, PP/PE-Mehrschichtfolien. Ein Beispiel für Verbundmaterial, das keine Mehrschichtfolie darstellt, ist PVB-Glas-Verbund, wie in Autoscheiben, PE/Aluminium oder PVC/Aluminium, wie in Medikamentenverpackungen.

[0035] Das Zielpolymer kann schon bei Raumtemperatur in dem Lösemittel gelöst werden. Für ein schnelleres Auflösen ist es aber vorteilhaft, die Zielpolymerlösung unter Erhitzen, Rühren und Pumpen herzustellen, wobei die Temperatur unterhalb der Siedetemperatur des Lösemittels bleiben sollte. Außerdem können bei höheren Temperaturen größere Polymermengen in Lösung gebracht werden, so dass hochgesättigte oder übersättigte Zielpolymerlösungen erhalten werden und gleichzeitig weniger Lösemittel benötigt wird. Der Lösevorgang kann beispielsweise bei 50 bis 150 °C, wie bei 100 °C, durchgeführt werden, wobei höhere und niedrigere Temperaturen in Abhängigkeit von der Art des Polymers und der Art des Lösemittels, insbesondere in Abhängigkeit von der Siedetemperatur des Lösemittels als typische Temperaturobergrenze für das Auflösen des Zielpolymers, ebenfalls möglich sind.

[0036] Die Löslichkeit der Zielpolymeren in einem Lösemittel hängt auch vom polaren oder unpolaren Charakter von Lösemittel und Zielpolymer ab. Polare Lösemittel lösen vorzugsweise polare Polymere, unpolare Lösemittel vorzugsweise unpolare Polymere. Für eine gute Löslichkeit muss der Löslichkeitsparameter des Zielpolymers ähnlich groß sein wie der Löslichkeitsparameter des Lösemittels. Für die Definition des Löslichkeitsparameters wird auf die folgende Fachliteratur verwiesen: „Properties of Polymers“, D. W. van Krevelen, 1990, S. 200-202, „Polymer Handbook“, J. Brandrup und E. H. Immergut, Hrsg. 2. Auflage S. IV-337 bis IV-359. Geeignete Lösemittel können auch dem Kunststoff-Handbuch (Kunststoff-Handbuch, Bd. 1 Die Kunststoffe, Hrsg. G. W. Becker, D. Braun; München, Wien, Hanser, 1990, S. 842 ff, insbesondere Tabelle 5.39 auf S. 843) entnommen werden. Der Fachmann ist auf der Grundlage seines allgemeinen Fachwissens und/oder einfacher Versuche und der obigen Literatur, die durch Bezugnahme in die vorliegende Anmeldung aufgenommen wird, imstande, für jedes Polymer das oder die geeigneten Lösemittel auszuwählen.

[0037] Um das Zielpolymer selektiv aus einem Verbundmaterial gewinnen zu können, sollen die sonstigen Bestandteile des Verbundmaterials in dem Lösemittel unlöslich oder nur sehr wenig löslich sein. Die sonstigen Bestandteile dürfen jedoch in dem Lösemittel löslich sein oder in der Zielpolymerlösung enthalten sein, wenn sie in einem weiteren Verfahrensschritt ohne Weiteres entfernt werden können

oder wenn sie ohne nachteilige Auswirkungen im festen Zielpolymer verbleiben können. Ein Beispiel für Bestandteile, die im Zielpolymer verbleiben können, sind Rückstände von Farbpigmenten oder Farbstoffen, wenn das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung eines rußhaltigen Masterbatches verwendet wird, bei dem der Ruß die Eigenfärbung des Zielpolymer überdeckt. Ein Beispiel für das selektive Lösen eines Polymers aus einem Verbundmaterial ist das bereits weiter oben erwähnte Herauslösen von Polyethylen mit einem unpolaren Lösemittel aus einer PE-PA-Mehrschichtfolie, bei dem das Polyamid als unlöslicher Feststoff zurückbleibt. Es stellt einen besonderen Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens dar, dass Bestandteile aus dem Ausgangspolymer, wie Farbpigmente oder Farbstoffe, ganz, teilweise oder in geringer Konzentration in dem Zielpolymerprodukt verbleiben können, wenn das Zielpolymerprodukt durch ein neu eingebrachtes Additiv so stark eingefärbt wird, dass eine durch Rückstände verursachte Färbung hinreichend überdeckt wird. Auf diese Weise kann ein aufwändiger Reinigungsschritt zur vollständigen Entfernung ursprünglich enthaltener Bestandteile vermieden werden.

[0038] Geeignete Lösemittel sind organische aromatische oder nicht-aromatische Lösemittel, wobei nicht-aromatische Lösemittel wegen ihrer geringeren Toxizität bevorzugt sind.

[0039] Für die polaren Polymere sind halogenfreie polare Lösemittel bevorzugt, wie Alkohole, Ketone, Ether und Ester. Besonders vorteilhaft ist die Verwendung von Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol, Aceton, Methylethylketon, Tetrahydrofuran und Essigsäuremethylester.

[0040] Für das Auflösen von unpolaren Zielpolymeren, insbesondere der bevorzugt verwendeten Polyolefine, wie Polyethylene oder Polypropylene, können erfindungsgemäß Fettsäureester und Fettsäureestergemische, Fraktionen aus der Erdöldestillation, insbesondere Benzinfraktionen oder Dieselkraftstoffe, aliphatische Kohlenwasserstoffe, alicyclische Kohlenwasserstoffe, aromatische Kohlenwasserstoffe, einzeln oder im Gemisch, verwendet werden. Als Fettsäureestergemische kommen Biodiesel mit einem Siedebereich von 300 bis 570 °C und Rapsöl in Betracht. Zu den verwendbaren Erdölfraktionen gehören Heizöl und Dieselkraftstoff mit einem Siedebereich von 170 bis 390 °C. Benzinfraktionen, die als Lösemittel für unpolare Polymere geeignet sind, sind: die Testbenzine vom Typ 1 (Siedebereich 130-185 °C), Typ 2 (Siedebereich 140-200 °C), Typ 3 (150-190 °C), Typ 4 (Siedebereich von 180- 220 °C) und Typ 5 (Siedebereich 130-220 °C), die auch als Terpentinersatz, „white spirit“ oder Mineralspiritus bezeichnet werden, die Siedegrenzbenzine vom Typ 2 (Siedebereich 80-110 °C) und Typ 3 (Siedebereich 100-140 °C), Waschbenzin (Siedebereich 80-

110 °C), Aliphatin (Siedebereich 100-160 °C), Ligroin (Sdp. 150-180 °C) und Kerosin (Siedebereich 180-270 °C). Als aliphatische Kohlenwasserstoffe können n-Alkane, z. B. C8-C17-Alkanfraktionen, sowie Isoalkane, wie C10-C25-Fraktionen und Isoparaffine, verwendet werden. Alicyclische Kohlenwasserstoffe, wie Cycloalkane, z. B. Cycloheptan, und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Toluol oder Xylole, sind ebenfalls als Lösemittel für unpolare Zielpolymere geeignet. Das Lösemittel kann die obigen Stoffe einzeln oder als Gemisch zweier oder mehrerer der genannten Stoffe aufweisen. Das Lösemittel kann darüber hinaus planvoll hinzugefügte Zusätze aufweisen, die bis zu 2 oder 5 oder 10 oder 20 Gew.-% ausmachen können.

[0041] Das erfindungsgemäße Verfahren wird in Schritt b) mit einer Zielpolymerlösung durchgeführt, die eine Temperatur von mindestens der Siedetemperatur oder oberhalb der Siedetemperatur von Wasser aufweist. Zusätzlich soll die Zielpolymerlösung beim Einleiten des heißen Wasserdampfes vorzugsweise flüssig bleiben und nicht sieden. Daher sind Lösemittel mit einer relativ hohen Siedetemperatur bevorzugt. Die erfindungsgemäß verwendeten Lösemittel bzw. seine Komponenten weisen daher bei Atmosphärendruck eine Siedetemperatur oberhalb von 100 °C, vorzugsweise oberhalb von 110 °C, beispielsweise im Bereich von 140 bis 180 °C auf. Obwohl höher siedende Lösemittel bevorzugt sind, ergibt sich bei besonders hoch siedenden Lösemitteln das Problem, dass das Lösemittel nur noch schwierig oder nur noch mit besonders heißem Wasserdampf ausgetrieben werden kann. Eine Obergrenze für die Siedetemperatur liegt daher bei 570 °C, wie sie bei Biodiesel angetroffen werden kann, wegen der leichteren Verdampfbarkeit besser unter 300 °C, vorzugsweise unter 250 °C oder auch unter 220°C. Für derartig hoch siedende Lösemittel kann die Geschwindigkeit, mit der das Lösemittel verdampft, durch die Temperatur des heißen Wasserdampfes und die Temperatur der Zielpolymerlösung gesteuert werden, wobei darauf geachtet wird, dass das Lösemittel in der verwendeten Apparatur vorzugsweise nicht siedet. Lösemittel wie Hexan oder Cyclohexan, die unter 100 °C sieden, sind weniger geeignet, da sie im Kontakt mit heißem Wasserdampf zu schnell verdampfen, was zu klebrigen und zähen, für die Weiterverarbeitung ungeeigneten Zielpolymermassen innerhalb der Apparatur und nicht dem angestrebten festen, womöglich körnigen, pulverförmigen Material führen würde.

[0042] Die oben angegebenen hoch siedenden Lösemittel verfügen über besonders gute Lösungseigenschaften für die Zielpolymere, insbesondere Polyolefine. Durch das Arbeiten bei hohen Temperaturen können besonders große Zielpolymermengen in Lösung gebracht werden. Die guten Lösungseigenschaften und der geringe Dampfdruck des Lösemittel

tels bringen aber grundsätzlich das Problem mit sich, das gelöste Zielpolymer effektiv und bis zu einem definierten Restgehalt vom Lösemittel zu befreien. Einer der ganz wesentlichen Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass die hoch siedenden Lösemittel trotz ihres geringen Dampfdrucks mit Hilfe eines geeignet heißen Wasserdampfes bei einer geeignet hoch gewählten Prozessstemperatur des Lösemittels wieder bis zu einem gewollten Restgehalt als Additiv aus dem Zielpolymer entfernt werden können, die Lösemittel/Zielpolymer-Lösung dabei aber bis zum Schluss in flüssiger Form vorliegt, bevor das Zielpolymerprodukt in eine feste und zuletzt womöglich körnige oder pulverartige Form übergeht. Dadurch werden die Probleme vermieden, die sich bei Verwendung niedrig siedender und daher explosionsartig verdampfender Lösemittel, wie beispielsweise Aceton, Hexan oder Methylethylketon, ergeben.

[0043] Das Lösemittel bzw. seine Komponenten können mit Wasser mischbar oder nicht mischbar sein. Es ist erfindungsgemäß bevorzugt, dass das Lösemittel nicht mit Wasser mischbar ist, da in diesem Fall nach dem Austreiben des Gemischs aus Wasserdampf und Lösemittel und dessen Kondensation eine zweiphasige Flüssigkeit erhalten wird, die leicht in Wasser und Lösemittel aufgetrennt werden kann. Wasser und Lösemittel können so leicht als getrennte Phasen in das Verfahren zurückgeführt werden.

[0044] Die in Schritt a) des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellte Zielpolymerlösung weist ein Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel vorzugsweise im Bereich von 1:5 bis 1:20 Gewichtsteilen, noch bevorzugter im Bereich von 1:6 bis 1:15 Gewichtsteilen und am besten im Bereich von 1:7 bis 1:10 Gewichtsteilen auf.

[0045] Die gegebenenfalls bei Raumtemperatur hergestellte oder vorliegende Zielpolymerlösung kann vorteilhaft für den Schritt b) auf eine Temperatur von mehr als 100 °C oder bei erhöhtem Druck von mindestens der Siedetemperatur von Wasser erhitzt werden. In Schritt b) wird die so erhitzte Zielpolymerlösung mit Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur von Wasser in Kontakt gebracht. Bei dieser Temperatur ist die Zielpolymerlösung vor dem Beginn der Verdampfung des Lösemittels in Schritt b) typischerweise dünnflüssig, was für ihre Fließfähigkeit in Vorrichtungen vorteilhaft ist und gleichzeitig das Eindringen des Wasserdampfes in die Zielpolymerlösung erleichtert. Der heiße Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens 100 °C bzw. mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur von Wasser bei erhöhtem Druck sorgt für das Verdampfen des Lösemittels, wobei über die Höhe der Wasserdampf Temperatur die Geschwindigkeit beeinflusst werden kann, mit

der das Lösemittel zusammen mit Wasserdampf angetrieben wird.

[0046] Der Wasserdampf kann in einer Dampfkesselanlage erzeugt werden. Mit dem Überhitzer kann der Wasserdampf über seine Verdampfungstemperatur hinaus weiter erhitzt werden, wodurch überhitzter Dampf oder Heißdampf entsteht. Wasser ist zwischen dem Tripelpunkt bei 0 °C und dem kritischen Punkt bei ca. 375 °C druckabhängig entweder ein Dampf oder eine Flüssigkeit, so dass eine geeignete Druck-Temperatur-Kombination gewählt werden muss, um Wasserdampf zu erhalten. Durch Erhöhung des Drucks kann die Siedetemperatur des Wassers und damit die Wasserdampf Temperatur erhöht werden. Bei einem Druck von 6 bar siedet Wasser bei 156 °C, bei einem Druck von 10 bar siedet Wasser bei ca. 180 °C, so dass Dampftemperaturen von 180 °C oder auch darüber problemlos erzeugt werden können, indem ein Überhitzer bei einem entsprechend hohen Druck betrieben wird und der Wasserdampf unter Expansion und Druckabfall aus dem Überhitzer entweicht. Der für eine bestimmte Dampf Temperatur erforderliche Druck ergibt sich aus dem Druck-Temperatur-Diagramm ((p, T)-Diagramms) von Wasser, das als **Fig. 1** beigefügt ist. Nach dem Diagramm ist es ebenfalls möglich, in der Apparatur heißen Wasserdampf mit einem Überdruck oberhalb des Atmosphärendrucks zu erzeugen. **Fig. 1** zeigt auch die Abhängigkeit des Siedepunkts des Wassers vom herrschenden Druck. Die Temperaturangaben in dieser Beschreibung betreffen Umgebungsdruck. Wenn andere Drücke herrschen, können entsprechend verschobene Werte gelten.

[0047] Das Austreiben des Lösemittels im Gemisch mit Wasserdampf gemäß Schritt b) erfindungsgemäßen Verfahrens kann weiter beschleunigt werden, indem die Zielpolymerlösung zusätzlich durch eine externe Heizvorrichtung im Kontakt mit der Zielpolymerlösung erhitzt wird. In diesem Fall wird die Zielpolymerlösung sowohl durch den heißen Wasserdampf als auch die externe Heizvorrichtung beheizt, was zur Beschleunigung der Verdampfung des Lösemittels unterhalb dessen Siedepunkts, insbesondere im Fall von sehr hoch siedenden Lösemitteln, führen kann. Durch die externe Heizvorrichtung kann die Temperatur der Zielpolymerlösung noch weiter erhöht werden als mit dem Wasserdampf. Umgekehrt ermöglicht die externe Heizung die Verwendung von weniger heißem Wasserdampf, um die Zielpolymerlösung auf die gleiche Temperatur zu erhitzen. Unter den Verfahrensbedingungen herrscht in der oder den Verdampfungs Vorrichtung(en) eine Temperatur oberhalb der Siedetemperatur von Wasser bei dem in der Vorrichtung herrschenden Druck. Dies verhindert eine Kondensation des Wassers in der Apparatur, das somit jederzeit gasförmig vorliegt. Eine Ausnahme bildet das Wasser, das in einem dynamischen

Gleichgewicht zunehmend in die Zielpolymerlösung eindringt und in das Zielpolymer eingelagert wird.

[0048] Es ist bevorzugt, dass die Temperatur des heißen Wasserdampfes mindestens bei 100 °C oder oberhalb von 100 °C und höchstens bei der Siedetemperatur der Zielpolymerlösung liegt. Wenn die Temperatur des Wasserdampfes in diesem Intervall liegt, wird das Lösemittel ohne zu kochen als Dampf-Gemisch mit Wasserdampf ausgetrieben und gleichzeitig Wasser in die Lösung eingelagert.

[0049] Soweit wie beispielsweise oben in dieser Beschreibung eine Temperatur von 100 °C in Verbindung mit Wasser genannt wird, kann damit der Siedepunkt von Wasser bei Atmosphärendruck angesprochen sein. Dementsprechend liegen andere Werte als 100 °C vor, wenn das Verfahren bei einem anderen Druck als Atmosphärendruck stattfindet. Die Werte ergeben sich aus der Kennlinie des Siedepunkts über dem Druck. Es können dann auch - stoffabhängig - bei den anderen Materialien andere als die jeweils genannten Temperaturen vorliegen, was sich ebenso aus den jeweiligen Kennlinien ergeben kann.

[0050] Die Temperatur des heißen Wasserdampfes liegt vorzugsweise etwa 10 bis etwa 100 °C unter der Siedetemperatur des Lösemittels bzw. der Zielpolymerlösung. Die Geschwindigkeit, mit der das Lösemittel verdampft, kann mit Hilfe dieses Temperaturunterschieds zwischen Siedetemperatur der Zielpolymerlösung und der Wasserdampf-Temperatur gesteuert werden. Je näher die Dampftemperatur bei der Siedetemperatur des Lösemittels liegt, desto schneller verdampft das Lösemittel. Der Fachmann kann ohne Weiteres den Typ und die gewünschte Siedetemperatur des Lösemittels, die Temperatur der Zielpolymerlösung beim Einleiten des Wasserdampfes und die Temperatur des heißen Wasserdampfes so wählen, dass aus der Zielpolymerlösung ein festes, womöglich körniges oder pulverförmiges Zielpolymerprodukt mit definierten Lösungsmittelrestgehalt in der gewünschten Verfahrenszeit mit der gewünschten Verdampfungsgeschwindigkeit des Lösemittels erhalten wird.

[0051] Für das Inkontaktbringen von Zielpolymerlösung und heißem Wasserdampf kann der heiße Wasserdampf in die Zielpolymerlösung eingeleitet werden und ggf. zusätzlich auf die Zielpolymerlösung aufgeleitet werden, um über die Oberfläche der Zielpolymerlösung zu strömen. Wenn sich die Zielpolymerlösung in einem Behälter oder einer Rohrleitung befindet, wird der heiße Wasserdampf vorzugsweise direkt in die Zielpolymerflüssigkeit eingeleitet oder unter erhöhtem Druck eingepresst. Der Wasserdampf weist dann in der Zielpolymerlösung Atmosphärendruck oder einen geringen Überdruck von beispielsweise 2 bar auf.

[0052] Das Einleiten des heißen Wasserdampfes und das Verdampfen des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs erfolgt vorzugsweise in einem oder mehreren Fallfilmverdampfern und/oder in einem oder mehreren Dünnschichtverdampfern. Fallfilmverdampfer sind besonders gut geeignet für die Aufkonzentrierung der Zielpolymerlösung, wobei die Zielpolymerlösung dann nach dem Aufkonzentrieren noch als Lösung vorliegt. Dünnschichtverdampfer können auf Grund ihrer Konstruktion für die weitere Aufkonzentrierung der Zielpolymerlösung dienen, wobei das Zielpolymer nach dem Aufkonzentrieren als zähflüssiges oder körniges oder pulverförmiges Produkt anfallen kann. Es ist daher besonders bevorzugt, einen oder mehrere Fallfilmverdampfer und daran anschließend einen oder mehrere Dünnschichtverdampfer oder ausschließlich mehrere Dünnschichtverdampfer für die Durchführung des Schrittes b) des erfindungsgemäßen Verfahrens zu verwenden.

[0053] Erfindungsgemäß wird in dem oder den Fallfilmverdampfern so viel Lösemittel ausgetrieben, dass das Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel im Bereich von 1:0,5 bis 1:4 Gewichtsteilen liegt, und wird in dem oder den Dünnschichtverdampfern so viel Lösemittel ausgetrieben, dass die Zielpolymerlösung 7 bis 20 Gew.-% Lösemittel, bezogen auf das Gesamtgewicht von Zielpolymer und Lösemittel, enthält.

[0054] Für die Dampfeinleitung kann ein Aufbau einer oder mehrerer geeignet angebrachter Düsen verwendet werden. Stromaufwärts der Düse kann starker Überdruck herrschen und Wasser (gerade noch) flüssig vorliegen. Stromabwärts erfolgt Entspannung auf den Druck im Lösungsbehälter oder -rohr oder Verdampfer (Atmosphärendruck oder darüber), wobei die Verhältnisse in jedem Fall so sind, dass Wasser als Dampf ein- oder aufgebracht wird. Wenn die Zielpolymerlösung, wie beispielsweise in einer großtechnischen Anlage in einem Fallfilmverdampfer, als dünner strömender Flüssigkeitsfilm vorliegt, kann der heiße Wasserdampf zusätzlich im Gleichstrom oder Gegenstrom auf den dünnen Film aufgeleitet werden bzw. über den Flüssigkeitsfilm strömen.

[0055] Der heiße Wasserdampf hat im erfindungsgemäßen Verfahren mehrere Funktionen: - eine erste Funktion besteht darin, die Zielpolymerlösung zu erhitzen, wodurch ein Gemisch aus Lösemittel und Wasserdampf ausgetrieben wird und die Zielpolymerlösung aufkonzentriert wird. Diese Heizfunktion kann vorteilhaft durch Beheizen der Zielpolymerlösung mit einer externen Heizvorrichtung ergänzt werden; - eine zweite Funktion besteht darin, die Zielpolymerlösung bis zu einem hohen Sättigungsgrad im flüssigen Zustand zu halten, ohne dass darin enthaltenes Zielpolymer als Feststoff anfällt, was die Verarbeitung erleichtert; - eine dritte Funktion des Wasserdampfes besteht darin, die Zielpolymerlösung

kräftig zu rühren, wenn er in die Zielpolymerlösung eingeleitet oder eingepresst wird. Diese Rührfunktion ersetzt in einer industriellen Anlage jedenfalls teilweise den Einsatz von Rührvorrichtungen; - eine vierte erfindungsgemäß ganz wesentliche Funktion des Wasserdampfs, der in die Zielpolymerlösung eingeleitet oder eingepresst wird, besteht darin, die Oberfläche, von der aus das Lösemittel der Zielpolymerlösung in die Gasphase verdampfen kann, drastisch zu erhöhen. Die Verdampfungsoberfläche besteht in Verdampfern üblicherweise aus den Oberflächen, die der Verdampfer, wie ein Fallfilmverdampfer, selbst für die Ausbildung eines Flüssigkeitsfilms zur Verfügung stellt. Das Einleiten oder Einpressen von heißem Wasserdampf in die Zielpolymerlösung führt zur Ausbildung einer großen Anzahl feiner Wasserdampfbläschen in der Zielpolymerlösung, deren Oberflächen eine sehr große zusätzliche Verdampfungsoberfläche bilden, in die hinein das Lösemittel verdampfen kann. Die Anmelder haben festgestellt, dass mit Hilfe dieser zusätzlichen inneren Oberfläche die Verdampfungsgeschwindigkeit drastisch gegenüber dem Verdampfen ohne eingeleiteten Wasserdampf erhöht werden kann. Vergleichsversuche haben ergeben, dass bei gleicher Temperatur die Verdampfungsgeschwindigkeit um das 5- bis 10-fache, insbesondere 7- bis 8-fache gesteigert werden kann, wenn in die Zielpolymerlösung Wasserdampf eingeleitet wird und der Wasserdampf in der Zielpolymerlösung Bläschen bildet, in die hinein das Lösemittel verdampfen kann. Dieser Effekt ist erfindungsgemäß von besonders großer Bedeutung, weil die bevorzugt eingesetzten Lösemittel einen hohen Siedepunkt haben und nur eine geringe Neigung zum Verdampfen zeigen, gleichzeitig aber wegen ihrer guten Löseeigenschaften eine besonders innige Bindung mit den Zielpolymermolekülen eingehen; in dieser Situation haftet das Lösemittel üblicherweise fest am Zielpolymer; mit dem heißen Wasserdampf gelingt es wegen der Oberflächenvergrößerung, die hoch siedenden Lösemittel dennoch effektiv aus der Zielpolymerlösung und dem Zielpolymer zu entfernen, ohne dass merkliche Mengen des Lösemittels am pulverförmigen Endprodukt anhaften; - eine fünfte erfindungsgemäß ganz wesentliche Funktion des heißen Wasserdampfes mit einer Temperatur oberhalb von 100 °C besteht darin, die Entstehung eines körnigen oder pulverförmigen Zielpolymer zu begünstigen und die Bildung klebriger oder zäher oder glasartiger Agglomerate aus Zielpolymer zu verhindern. Das Eindringen des Wassers in die Zielpolymerlösung wird auch durch den obigen Effekt der Vergrößerung der Oberfläche durch Wasserdampfbläschen effektiv unterstützt. Das nach Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens gebildete Zielpolymerprodukt mit definiertem Lösemittelrestgehalt als Additiv ist körnig oder pulverförmig, weist hervorragende rheologische Eigenschaften auf, wirkt beim Anfassen trocken und nicht klebrig und ist somit ein ideales Ausgangsmaterial für die Herstellung neuer Zielpoly-

merprodukte aus auf diese Weise gewonnenem Zielpolymerprodukt. Mit Hilfe des Wasserdampfes erhält das pulverförmige Zielpolymerprodukt eine Struktur, die wie weiter unten dargelegt werden wird ideal für die Einlagerung von Additiven und andere Anwendungen ist.

[0056] In Schritt b) des Verfahrens wird das Lösemittel zunächst nach und nach mit Hilfe des heißen Wasserdampfes als Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben. Danach kommt der beschriebene Extruder zum Einsatz, um weiter Lösungsmittel und Restfeuchte/Wasser zu entziehen. Aus einer zunächst dünnflüssigen Zielpolymerlösung entsteht eine aufkonzentrierte Zielpolymerlösung, die bei der herrschenden Temperatur immer zähflüssiger wird, ohne jedoch ihre Fließfähigkeit zu verlieren. Schließlich - und zuletzt im Extruder - wird die immer viskosere Zielpolymerlösung so weit aufkonzentriert, dass das Zielpolymer bei den hohen Verfahrenstemperaturen in Schritt b) ohne abzukühlen als plastisch verformbarer Strang am Ausgang des Extruders anfällt, der noch gewisse Mengen an Lösemittel und Wasser enthält. Das so erhaltene Zielpolymerprodukt enthält vorzugsweise 7 bis 13 Gew.-% Lösemittel, bezogen auf das Gesamtgewicht von Zielpolymer und Lösemittel. Noch bevorzugter liegt der Lösemittelanteil bei 9 bis 11 Gew.-%. Der Wassergehalt liegt typischerweise bei 2 bis 8 Gew.-% und ist ursächlich für die hervorragenden Eigenschaften des entstandenen Zielpolymerprodukts. Während unter den herrschenden Temperaturbedingungen Polymere beim Aufkonzentrieren üblicherweise als zähe feste Masse anfallen, wird unter der Einwirkung von Wasserdampf ein Produkt erzielt.

[0057] Gegenstand der Erfindung sind ferner die Zielpolymerprodukte, die nach dem obigen Verfahren erhältlich sind.

[0058] Die Zielpolymerprodukte verdanken ihre Eigenschaften ganz wesentlich der Einwirkung von Wasserdampf auf die Zielpolymerlösung bei einer Temperatur, die oberhalb von 100 °C liegt, so dass das eingesetzte Wasser durchweg gasförmig als Wasserdampf vorliegt, die aber so niedrig gewählt ist, dass die Zielpolymerlösung flüssig bleibt, ohne zu sieden. Abgesehen von der durchmischenden und die Verdampfung fördernden Einwirkung von Wasserdampfbläschen wird angenommen, dass Wassermoleküle unmittelbar in die Zielpolymerflüssigkeit eingelagert werden. Unter den herrschenden Temperaturbedingungen stellt sich gegebenenfalls ein dynamisches Gleichgewicht ein, in dem Wassermoleküle, die in die Zielpolymerlösung eingelagert werden, auch wieder desorbiert werden. In diesem dynamischen Gleichgewicht aus Absorption und Desorption verdrängen die Wassermoleküle zumindest teilweise das organische Lösemittel aus dem Verbund der Zielpolymermoleküle. Anfänglich werden

die in der Hitze gestreckt vorliegenden Makromoleküle durch organisches Lösemittel voneinander getrennt gehalten. Ohne an eine Theorie gebunden zu sein, könnten mit zunehmender Verdampfung von Lösemittel Wassermoleküle an die Stelle von Lösemittelmolekülen treten, so dass eine Agglomeration zu einer zähen Flüssigkeit verhindert wird. Das Fluid bleibt auch bei höheren Zielpolymerkonzentrationen zunächst dünnflüssig und wird dann zunehmend zähflüssiger mit einer Konsistenz, die an heißen Honig erinnert. Schließlich kommt es bei hohen Temperaturen oberhalb von 100 °C zur Bildung eines körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerprodukts. Vorversuche mit einer Polyethylenlösung ohne Einleitung von Wasserdampf haben ergeben, dass beim einfachen Verdampfen des Lösemittels eine zähe, teilweise klebrige Masse entsteht, die Lösemittel einschließt und die für eine weitere technische Verwendung unbrauchbar ist. Die pulverförmige oder körnige Konsistenz des erhaltenen Zielpolymerprodukts kann also unmittelbar auf die Einwirkung des Wasserdampfes auf die Zielpolymerlösung und damit die körnige oder pulverartige Struktur des entstehenden Feststoffes zurückgeführt werden.

[0059] Nach einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann das in Schritt b) erhaltene körnige oder pulverförmige Zielpolymerprodukt, das noch 7 bis 20 Gew.-% Lösemittel und 2 bis 8 Gew.-% Wasser enthält, in einem weiteren Schritt c) unter Erhitzen ohne Zufuhr von heißem Wasserdampf zu einem Zielpolymerprodukt mit weiter verringertem Lösemittelgehalt und deutlich verringertem Wassergehalt getrocknet werden. Hierfür wird das Zielpolymer aus Schritt b) nach der Bearbeitung im Extruder beispielsweise in einer Mühle oder mit Hilfe von Heizschnecken, vorzugsweise im Vakuum, getrocknet, wonach der Lösemittelgehalt des Zielpolymerprodukts bei 1 bis 7 Gew.-%, vorteilhaft bei 3 bis 5 Gew.-%, liegt. Das Produkt mit diesem Restlösemittelgehalt ist, wie im Folgenden gezeigt wird, ideal für eine nachfolgende Granulierung oder weitere Anwendungen geeignet.

[0060] Das Zielpolymerprodukt aus Schritt b) kann nach Verlassen des Extruders körnig aufbereitet werden und zunächst weiter einfach zu einem Pulver zerkleinert werden, bevor es in Schritt c) getrocknet wird. Die Trocknung wird bei erhöhter Temperatur durchgeführt, wobei die Temperatur so gewählt wird, dass das Lösemittel mit hinreichender Geschwindigkeit aus dem Zielpolymer entweicht, gleichzeitig aber die körnigen oder pulverförmigen Polymerpartikel nicht erweichen und miteinander verkleben oder verschmelzen. Das in Schritt c) erhaltene Zielpolymerprodukt weist überraschende Schmelz- und Fließigenschaften auf.

[0061] Als Beispiel wird ein nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gewonnenes Polyethylenprodukt

offenbart. Während ein pulverförmiges Polyethylen, das kein Lösemittel enthält, einen Schmelzflussindex (MFI) von ca. 5 aufweist, führt der erfindungsgemäße Lösemittelgehalt von 1 bis 7 Gew.-% und vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% dazu, dass der MFI-Wert des Polyethylenprodukts beim Schmelzen auf etwa 10 steigt. Der so erhöhte MFI-Wert entspricht einer höheren Fluidität der Polymerschmelze, was eine bessere Verarbeitung in einem Extruder und, wie weiter unten gezeigt wird, eine bessere Verteilung von Additiven im geschmolzenen Zielpolymer ermöglicht. Die MFI-Messung erfolgt nach dem standardisierten Verfahren mit dem erfindungsgemäß hergestellten geschmolzenen Polyethylen bei 190 °C, das unter einem Druck von 2,16 kg durch eine definierte Bohrung fließt.

[0062] Weitere vorteilhafte Anwendungen für das Polymerprodukt mit erhöhtem Schmelzflussindex sind: - die Möglichkeit, weitere Compoundierungen effizient vorzunehmen, - Einsatz als Polymerbasisprodukt für Compoundierer, - Einsatz als Material für den 3D-Druck.

[0063] Die in Schritt b) des erfindungsgemäßen Verfahrens entstehenden Zielpolymerpartikel weisen vermutlich eine offene und poröse Struktur auf und haben eine gegenüber den Partikeln des Stands der Technik erhöhte Schmelzflussindex und vergrößerte Oberfläche. Aus diesen Gründen kann in die in Schritt b) erhaltenen Zielpolymerprodukte eine überraschend große Menge an Additiven eingelagert werden.

[0064] Eine weitere bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht daher darin, im Laufe der Durchführung von Schritt b) ein Additiv oder ein Gemisch von Additiven zuzugeben. Das Additiv oder das Gemisch von Additiven kann in fester Form, insbesondere aber in flüssiger Form, als Suspension oder als Lösung, zugegeben werden, wobei es sich bei dem Lösemittel oder der Flüssigkeit für die Herstellung der Suspension vorzugsweise um die gleiche Flüssigkeit handelt, die auch für das Lösen des Zielpolymer verwendet wird.

[0065] Nach dieser bevorzugten Ausführungsform wird das Additiv oder das Gemisch von Additiven zugegeben, wobei das Additiv oder das Gemisch von Additiven - zu der Zielpolymerlösung gegeben, sobald durch das Verdampfen von Lösemittel das Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel auf einen Wert im Bereich von 1:0,5 bis 1:4 Gewichtsteilen gestiegen ist oder - in die Zielpolymerlösung eingemischt, bevor sie in den ersten Dünnschichtverdampfer eingebracht wird. Je nach Menge und Materialeigenschaften kann ein Additiv aber auch über den Extruder zugeführt werden.

[0066] Nach Schritt b) kann so ein additivhaltiges körniges oder pulverförmiges Zielpolymerprodukt, nach Durchführung von Schritt c) ein getrocknetes additivhaltiges pulverförmiges oder körniges Zielpolymerprodukt erhalten werden. Der Additivgehalt kann bei mehr als 50 Gew.-% liegen, bezogen auf das Gesamtgewicht aus Zielpolymer, Additiv und Restlösemittel.

[0067] Die hervorragenden rheologischen und haptischen Eigenschaften der körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerprodukte und ihre Fähigkeit, große Mengen an Additiven aufzunehmen, wodurch die Herstellung von Masterbatches (Compounds) mit hohem Additivgehalt ermöglicht wird, stellen wesentliche Merkmale des erfindungsgemäßen Verfahrens und der erfindungsgemäßen Zielpolymerprodukte dar. Es wird angenommen, dass die hohe Aufnahmefähigkeit für Additive durch eine stark aufgelockerte mikroskopische Struktur der körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerpartikel als Folge einer stark vergrößerten spezifischen Oberfläche infolge der kontinuierlichen Einwirkung von Wasserdampf beim Austreiben des Lösemittels und des hohen Schmelzflussindex als Folge eines definierten Restlösemittelgehalts hervorgerufen wird.

[0068] Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird nach Schritt b) und vor Schritt c) oder nach Schritt c) ein weiteres Additiv oder Gemisch von Additiven zugegeben. Die Zugabe verschiedener Additive zu verschiedenen Zeitpunkten des erfindungsgemäßen Verfahrens ermöglicht das gezielte Einbringen verschiedener Additivkombinationen in das sich nach und nach verfestigende Zielpolymerprodukt. Beispielsweise kann während der Durchführung von Schritt b) ein Ruß zugegeben werden, und nach Schritt b) und vor Schritt c) kann ein verstärkender Füllstoff aus Fasern mit einer hohen Faserlänge zugegeben werden.

[0069] Erfindungsgemäß kann es sich bei den Additiven um feste Additive handeln, die vorteilhaft unter Rußen, organischen Pigmenten, anorganischen Pigmenten, Farbstoffen, verstärkenden anorganischen oder organischen Füllstoffen, wie Talkum, Glasfasern, Kohlefasern, Glasballs, metallischen Partikeln und Gemischen davon ausgewählt werden. Erfindungsgemäß kann das mit Additiven versehene Zielpolymerprodukt als pulverförmiges oder körniges Material vorliegen oder in einem weiteren Schritt zu einem Granulat verarbeitet werden.

[0070] Bei dem Additiv, das erfindungsgemäß in das Zielpolymerprodukt eingebracht werden kann, handelt es sich vorzugsweise um einen Ruß, der in die Zielpolymerlösung gegeben werden kann, die ein Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel im Bereich von 1:0,5 bis 1:4 Gewichtsteilen aufweist. Der Anteil des Rußes in dem rußhaltigen Zielpolymer

liegt bei mehr als 50 Gew.-%, vorzugsweise 60 Gew.-% und mehr als 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht aus Zielpolymer, Additiv und restlichem Lösemittel. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können vorzugsweise 51 bis 70 Gew.-% Ruß oder auch mehr als 70 Gew.-% Ruß in den Masterbatch aus einem Polymer, insbesondere Polyethylen, eingebracht werden. Das Masterbatch kann als erfindungsgemäßes Zielpolymerprodukt wie oben bereits erwähnt als pulverförmiges Material vorliegen oder in einem weiteren Schritt zu einem Granulat verarbeitet werden.

[0071] Zudem kann eine Rußsorte als Additive verwendet werden, mit der ein elektrisch leitender Kunststoff hergestellt werden kann, zB PEel, leitfähiges Polyethylen. Diese Rußsorten sind aufgrund ihrer Feinpulvrigkeit mit herkömmlichen Verfahren nur sehr aufwendig mit hohen Konzentrationen in Kunststoffe als Additiv einarbeitbar.

[0072] Bei dem erfindungsgemäß eingebrachten Additiv kann es sich weiterhin vorteilhaft um Faserverstärkungen handeln, die eine Faserlänge von ca. 1,5 bis 6 mm aufweisen. Die offene und lockere Struktur und der hohe Schmelzflussindex der erfindungsgemäßen Zielpolymerprodukte ermöglicht eine besonders schonende Beimengung der Fasern, was die Einarbeitung von Füllstoffen mit besonders langen Fasern ermöglicht. Mit den Polymergranulaten des Stands der Technik können üblicherweise Fasern mit einer maximalen Länge von bis zu 1,5 mm eingebracht werden. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren und den dabei erhaltenen erfindungsgemäßen Produkten ist es möglich, Fasern mit einer Faserlänge von mehr als 1,5 mm und bis zu mindestens 6 mm einzuarbeiten. Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach auch ein Zielpolymerprodukt, das mit Fasern mit einer Länge von 1,5 bis mindestens 6 mm verstärkt werden kann.

[0073] Das Verfahren kann mit polaren Zielpolymeren wie mit unpolaren Zielpolymeren durchgeführt werden, da vor allem die wesentliche Funktion des Wasserdampfes, in der Zielpolymerlösung Gasbläschen zu bilden, unabhängig von den physikalischen und chemischen Eigenschaften des einzelnen Zielpolymeren sind. Besonders bevorzugt ist das Recycling von Polyolefinen, wie Polyethylenen und Polypropylenen, nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, um entsprechende Zielpolyolefinprodukte herzustellen. Für das Auflösen der unpolaren Polyolefine können erfindungsgemäß alle Lösemittel verwendet werden, die weiter oben für das Auflösen von unpolaren Polymeren angegeben werden.

[0074] Die Erfinder haben dabei festgestellt, dass das Recycling von Polyethylenen besonders bevorzugt unter den im Ausführungsbeispiel genannten Temperaturbedingungen durchgeführt wird, und dass

für das Recycling von Polypropylenen die Lösungs-/Prozesstemperatur in etwa 20 bis 30 °C höher als bei Polyethylen liegen sollte.

[0075] Das Verfahren wird vorzugsweise mit heißem Wasserdampf durchgeführt, bei dem es sich um Nassdampf, Heißdampf oder Satttdampf handeln kann, wobei Heißdampf bevorzugt ist. Erfindungsgemäß kann der Wasserdampf bei Atmosphärendruck eine Temperatur im Bereich von 100 bis 250 °C, vorzugsweise 120 bis 200 °C, besonders bevorzugt im Bereich von 140 bis 180 °C, aufweisen. Bei anderen Druckverhältnissen können entsprechend andere Temperaturen vorliegen. Die Temperatur des Wasserdampfes kann bei oder knapp über der Siedetemperatur des Lösemittels liegen, was gegebenenfalls dazu führt, dass das Lösemittel ebenfalls siedet. Sie liegt daher vorzugsweise bei einer Temperatur unterhalb der Siedetemperatur des Lösemittels, etwa bis zu 5 oder 10 oder 20 oder 50 °C darunter. In diesem Fall kann anhand der Differenz zwischen der tatsächlichen Temperatur des Wasserdampfes und der Siedetemperatur des Lösemittels die Geschwindigkeit beeinflusst werden, mit der das Lösemittel ausgetrieben und das Zielpolymer in einen Feststoff übergeführt wird. Je näher die Temperatur des heißen Wasserdampfes bei der Siedetemperatur des Lösemittels liegt, desto effizienter kann die Zielpolymerlösung in das feste Zielpolymerprodukt übergeführt werden. Durch die Einstellung dieser Temperaturdifferenz zwischen Siedetemperatur des Lösemittels und Wasserdampf Temperatur kann die Verdampfungsgeschwindigkeit auch an die Auslegung einer Verdampfungsvorrichtung angepasst werden.

[0076] Gegenstand der Erfindung ist weiterhin eine Anlage zur Durchführung des Verfahrens. Eine Ausführungsform dieser Anlage ist in **Fig. 2** schematisch dargestellt. Sie kann mehrere oder alle der folgenden Einrichtungen umfassen:

- eine Dampfkesselanlage mit Überhitzer zur Erzeugung von heißem Wasserdampf und überhitztem Wasserdampf;
- einen oder mehrere beheizbare Prozessbehälter **1, 2**, in denen die Zielpolymerlösung hergestellt wird; das Auflösen des Zielpolymers kann beispielsweise auf zwei Prozessbehälter **1, 2** verteilt werden, wobei in dem ersten Prozessbehälter **1** eine erste Zielpolymerlösung erhalten wird und in dem zweiten Prozessbehälter **2** die unlöslichen Bestandteile aus dem ersten Prozessbehälter **1** mit frischem Lösemittel in Kontakt gebracht werden; die Prozessbehälter **1, 2** werden beispielsweise mit Wasserdampf aus der Dampfkesselanlage beheizt; das Gemisch aus Zielpolymer und Lösemittel wird permanent in dem Behälter **1, 2** umgepumpt, um über die dabei entstehende Friktion den Lösungsvorgang

zu beschleunigen; durch das Umpumpen kann das Auflösen des Zielpolymers ohne die Installation eines mechanischen Rührwerks erreicht werden;

- einen Lösemittelvorratsbehälter **3** mit Heizvorrichtung **4**, aus dem das erhitzte Lösemittel in die Prozessbehälter **1, 2** gefördert wird;
- einen oder mehrere Koaxialwärmetauscher, die das Lösemittel auf den gewünschten Temperaturbereich erhitzen;
- eine Förderschnecke **5** zur Befüllung der Prozessbehälter **1, 2** mit sortenreinen Zielpolymer oder mit einem Verbundmaterial, das das Zielpolymer in Kombination mit unlöslichen Bestandteilen enthält;
- eine Pumpe zum Abpumpen der unlöslichen Bestandteile eines Verbundmaterials aus den Prozessbehältern **1, 2**, die nach dem selektiven Auflösen des Zielpolymer zurückbleiben;
- eine oder mehrere Vorrichtungen zum Verarbeiten der unlöslichen Bestandteile, wie Zentrifugen, Förderschnecken zum Abtransportieren der abzentrifugierten unlöslichen Bestandteile, Vakuumtrockner, Feststofftrockner, sowie eine Abfüllvorrichtung, wenn es sich bei dem unlöslichen Bestandteil um ein sortenreines Polymer handelt, das nach dem Trocknen abgepackt und in den Handel gebracht werden soll;
- einen Sammelbehälter **6**, in dem die von dem Feststoff abgetrennte Zielpolymerlösung gesammelt wird, bevor sie in dem ersten Fallfilmverdampfer **7** weiterverarbeitet wird;
- einen oder mehrere beheizbare Fallfilmverdampfer **7, 8**, in denen die Zielpolymerlösung mit heißem Wasserdampf in Kontakt gebracht wird und das Lösemittel durch den heißen Wasserdampf kontinuierlich ausgetrieben wird, wodurch eine hochviskose Zielpolymerlösung erhalten wird; der heiße Wasserdampf wird vorzugsweise in das Zuflussrohr **9**, durch das die Zielpolymerlösung zugeführt, oder direkt in den Kopfbereich **10** der Fallfilmverdampfer **7, 8** eingeleitet; im Bereich des geschlossenen Kopfes **10** oder Verteilerkopfes des Fallfilmverdampfers **7, 8** liegt der Druck bei etwa 2 bar, im Sumpf-abzug **11, 12** bei 1,2 bar bis 1 bar; insgesamt erfolgt die Verdampfung im Fallfilmverdampfer **7, 8** vorzugsweise bei leichtem Überdruck; die Zielpolymerlösung wird durch den Wasserdampf weiter erhitzt und mit Wasserdampfbläschen anreichert, in die hinein das Lösemittel verdampft; durch die Bildung der Gasbläschen wird die Verdampfungsoberfläche in den Fallfilmverdampfern um ein Vielfaches erhöht;
- das Einleiten oder Einpressen des heißen Wasserdampfes in den Kopfbereich **10** oder die Zu-

leitung **9** der Fallfilmverdampfer **7, 8** erfüllt weiterhin die Funktion einer Rührvorrichtung,

- eine Heizvorrichtung **13, 14** zum Beheizen der Fallfilmverdampfer **7, 8** in die heißer Wasserdampf aus der Dampfkesselanlage eingeleitet werden kann.

- eine Einrichtung für die Zufuhr von heißem Wasserdampf im Sumpfabzug des oder der Fallfilmverdampfer **7, 8** durch die zusätzlich heißer Wasserdampf im Gegenstrom auf den Zielpolymerflüssigkeitsfilm in den Rohren des Fallfilmverdampfers geleitet werden kann;

- einen oder mehrere Dünnschichtverdampfer **15**, in die die hochviskose Flüssigkeit aus den Fallfilmverdampfern **7, 8** geleitet wird, bei denen im Kopfbereich **10** heißer Wasserdampf in den Produktstrom geleitet wird, um ein Lösemittel-Wasserdampfgemisch auszutreiben und das Zielpolymer bei der im Dünnschichtverdampfer **15** herrschenden hohen Temperatur als körniges oder pulverförmiges Material zu erhalten; auch im Dünnschichtverdampfer **15** wird bei dem noch flüssigen Produktstrom das Prinzip angewendet, durch Einleiten von Wasserdampf eine große Menge feiner Dampfbläschen zu bilden, in die hinein das Lösemittel verdampfen kann; im Dünnschichtverdampfer **15** wird die ggf. mit dem oder den Additiven versetzte Suspension aufkonzentriert; der Dünnschichtverdampfer **15** trägt das Gemisch an der Wand über seine Schaber auf; die Produktführung ist vorzugsweise dreiteilig: im oberen Bereich wird die Wand beheizt, wobei das Gemisch flüssig bleibt; zwei weitere Heizstufen beheizen das Material, bis das Material körnig oder pulverförmig ausgetragen wird. Dieser Prozess läuft bei einem Unterdruck von 0,5-0,9 bar ab. Am Ende des Dünnschichtverdampfers **15** wird ein körniges Material mit 10-20 % Lösemittel, 2-8 % Wasser und gegebenenfalls mit vorgegebenem Rußgehalt erhalten.

- eine Heizvorrichtung zum Beheizen der Dünnschichtverdampfer **15**, in die heißer Wasserdampf aus der Dampfkesselanlage eingeleitet werden kann.

- einen Extruder **30** mit einem Destillationsbereich zum Ableiten von austretendem Lösungsmittel und/oder Wasser.

- eine oder mehrere beheizbare Trocknungsvorrichtungen, wie eine nicht gezeigte Trocknungsschnecke, in der das aus dem Extruder austretende feste körnige oder pulverförmige Zielpolymer unter Erhitzen, jedoch ohne Zufuhr von Wasserdampf, weiter getrocknet wird (Schritt c), bis ein körniges oder pulverförmiges getrocknetes Zielpolymer erhalten wird;

- eine Einrichtung **17** für die Aufbereitung eines oder mehrerer Additive, in der die Additive, insbesondere Ruß, vorzugsweise im gleichen Lösemittel oder Suspendiermittel wie dem Zielpolymerlösemittel und vorzugsweise bei der gleichen Temperatur, gelöst oder suspendiert werden;

- einen Vorlagebehälter **18** für den Dünnschichtverdampfer **15**, in dem die Zielpolymerlösung und die Lösung oder Suspension des oder der Additive vermischt werden, wonach das erhaltene Gemisch in den Dünnschichtverdampfer **15** gefördert wird;

- Separatoren am Auslass der Fallfilmverdampfer **7, 8** und der Dünnschichtverdampfer **15** zum Trennen der Zielpolymerlösung vom Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch;

- Vorrichtungen zum Kondensieren des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs;

- ein Behälter zum Trennen von Wasser und Lösungsmittel

- eine Steuerungsvorrichtung, die zur Steuerung der einzelnen Anlagenkomponenten soweit nötig vorgesehen ist. Sie kann eine oder mehrere Steuerungskomponenten, insbesondere eine oder mehrere vernetzte oder voneinander unabhängige digitale Komponenten aufweisen, insbesondere programmierbare Rechner.

[0077] Sie kann auch analoge elektrische und gegebenenfalls auch mechanische Komponenten aufweisen. Sie weist Sensoren zur Erfassung von Prozess- und Verfahrensparametern auf, die mit den Steuerungskomponenten verbunden sind, und Aktoren zu deren Beeinflussung (Steuerung, Regelung) nach Maßgabe der Ergebnisse der Steuerungskomponenten. Ein oder mehrere Speicher können vorgesehen sein, um Prozessdaten und/oder Programmdateien und/oder Steuerungsparameterdaten zu speichern. Ein oder mehrere Bedienungsschnittstellen können für die Prozessführung und -beeinflussung und für die Daten- und Programmpflege vorgesehen sein. Die Schnittstellen können für Bedienpersonen ausgelegt sein oder für die Kommunikation mit anderen bzw. höherrangigen automatischen Komponenten. Elektrische bzw. digitale Steuerungskomponenten können lokal unmittelbar an den Anlagekomponenten stehen und/oder entfernter davon und über Leitungen bzw. Netzwerke (LAN, WLAN, Bluetooth, Internet, ...) mit lokalen digitalen Komponenten und/oder Sensoren und/oder Aktoren verbunden sein.

[0078] Aus den obigen Vorrichtungen und Behältern können das Brüdenwasser und der zu kondensierende Wasser-Lösemittel-Dampf abgeleitet werden. Das Kondensat aus Wasser und Lösemittel bildet zwei getrennte Phasen, wenn Wasser und Lösemittel nicht miteinander mischbar sind. Wenn das Lösemittel leichter als Wasser ist, wird es als Überstand des

Zweiphasensystems abgetrennt. Beide Phasen können wieder in das Verfahren recycelt werden. Einige oder alle der Behälter und Leitungen können abgeschlossen sein und unter Druck, vorzugsweise Überdruck stehen. Andererseits können die wesentlichen Verfahrensschritte auch bei Atmosphärendruck stattfinden. Das System kann geschlossen sein und mit Inertgas befüllt sein.

[0079] Das Verfahren wird vorzugsweise kontinuierlich durchgeführt. Das Verfahren kann vorsehen, dass das Lösemittel mit heißem Wasserdampf aus einer Zielpolymerlösung in einem Fallfilmverdampfer ausgetrieben wird, wobei der Wasserdampf sowohl Kopfbereich des Fallfilmverdampfer in die Zielpolymerlösung eingeleitet wird als auch im Sumpfabzug des Fallfilmverdampfers im Gegenstrom zu der strömenden Flüssigkeit auf den Flüssigkeitsfilm aufgeleitet wird.

[0080] Ein entstehendes lösemittelhaltiges Polymerprodukt, insbesondere Polyolefin, ganz besonders Polyethylen, mit oder ohne Additivzusatz, wird so weit getrocknet, dass sein Restgehalt an Lösemittel im Bereich von 1 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-%, liegt. Es wurde festgestellt, dass bei einer Neuware des Polymers, die kein Lösemittel enthält, der Schmelzindex MFI bei ca. 5 liegt, während für ein Polymerprodukt mit dem oben angegebenen Lösemittelgehalt ein MFI-Wert von ca. 10 erhalten wird. Der höhere MFI-Wert entspricht einer höheren Fluidität der Polymerschmelze, was eine bessere Verarbeitbarkeit in einem Extruder und weitere Vorteile für oben aufgelistete Anwendungen mit sich bringt.

[0081] Gegenstand der Erfindung ist schließlich die Verwendung von 1 bis 7 Gew.-% Lösemittel, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% Lösemittel, in einem additivfreien oder additivhaltigen Polymerprodukt zur Verbesserung des Schmelzflussindex gegenüber dem reinen Polymer.

[0082] Nachfolgend werden Bezug nehmend auf die Zeichnungen Aspekte und Ausführungsformen der Erfindung beschrieben, es zeigen

Fig. 1 das Druck-Temperatur-Diagramm von Wasser,

Fig. 2 eine Gesamtanlage,

Fig. 3 schematisch einen Extruder, und

Fig. 4 schematisch einen Destillationsbereich eines Extruders.

[0083] **Fig. 3** zeigt einen Extruder **30**, wie er in **Fig. 2** unten links in der Gesamtanlage schematisch eingezeichnet ist. Die verschiedenen Pfeile **37a**, **37b**, **37c** und **37d** symbolisieren Materialflussrichtungen, nämlich **37a** die Richtung des einlaufenden Materials, **37b** den Hauptmaterialfluss innerhalb des Extruders, **37c**

das auslaufende Material und **37d** destilliertes Lösungsmittel bzw. Wasser.

[0084] Der Extruder **30** weist einen Extruderkörper **31** auf mit einem Materialeinlass **32** am stromaufwärtigen Ende des Körpers **31** und einem Materialauslass **33** am stromabwärtigen Ende. **35** symbolisiert eine sich im Körper **31** drehende Schnecke mit einem Schneckenkern **35a** und einem Schneckenwendel **35b**. Die Hüllfläche der Außenabmessung des sich drehenden Schneckenwendels **35b** kann in radialer Richtung betrachtet mindestens bereichsweise formschlüssig mit der Innenumfangsfläche der umgebenden Aussparung im Körper **31** sein oder kann ihr gegenüber geringfügig verkleinert sein, etwa um max. 2mm oder max 1 mm oder max. 0,5 mm in radialer Richtung. **34** ist ein Antrieb für die Schnecke, der die Schnecke derart in Drehrotation versetzt, dass der Materialfluss längs Pfeil **37b** bewirkt wird. Es sei gleich hier darauf hingewiesen, dass der Schneckenkern **35a** konstanten oder nicht konstanten Durchmesser über seine Länge betrachtet haben kann, und dass ebenso die Wendelsteigung über die Schneckenlänge konstant oder variabel sein kann.

[0085] Mit **36a** bis **36d** sind mehrere (konkret: vier) Destillationsbereiche gezeichnet. Ganz allgemein ist mindestens einer davon vorgesehen, es können aber auch längs des Materialflusses gemäß Pfeil **37b** zwei, drei, vier, fünf, sechs oder noch mehr Destillationsbereiche vorgesehen sein und in Transportrichtung **37b** betrachtet hintereinander liegen und voneinander abgegrenzt sein.

[0086] Am Materialeinlass **32** empfängt der Extruder **30** das zu behandelnde Gemisch aus Zielpolymer, Lösungsmittel und gegebenenfalls weiteren Stoffen, darunter auch Wasser aus vorherigen Prozessschritten. In einer Ausführungsform ist die Anlagensteuerung bzw. -auslegung derart, dass am Einlass **32** zähflüssiges Material (etwa honigartig) zugeführt wird. In Zahlen ausgedrückt kann es am Einlass einen Gehalt von 10% bis 50 % Lösungsmittel (und gegebenenfalls Wasser) bezogen auf das Gesamtgewicht einschließlich Additive oder ohne Additive aufweisen, wobei die Prozentzahl auf Gewicht bezogen ist. Bevorzugt wird mit Werten zwischen 15 % und 35 % gearbeitet, weiter bevorzugt mit Werten zwischen 20 % und 25 % am Materialeinlass. Gleich hier sei gesagt, dass am Auslass Restfeuchten zwischen 0,1 % und 5 % anstehen können, bevorzugt 0,2 % bis 2 %, weiter bevorzugt 0,5 % bis 1 %. Auch hier sind die Prozentangaben bezogen auf Gewicht und betreffend den Anteil von Lösemittel und gegebenenfalls Wasser bezogen auf das Gesamtgewicht mit oder ohne Additive.

[0087] Die Gestaltung der Schnecke **35** kann so sein, dass am Einlass **32** die Schnecke selbstziehend ist, oder es kann das Material am Einlass **32**

zwangsweise eingeschoben werden. Die angetriebene Schnecke **35** bewirkt, dass das Material im Extruderkörper **31** längs Pfeil **37b** transportiert wird, in der Zeichnung der **Fig. 3** als nach rechts. Es passiert auf diese Weise die Destillationsbereiche **36a** bis **36d**. Einer dieser Bereiche, nämlich **36a**, ist schematisch in **Fig. 4** gezeigt.

[0088] In den Destillationsbereichen **36** kann Feuchtigkeit (also Lösungsmittel und/oder Wasser) aus dem Gemisch austreten, so dass das Gemisch mit verringerter Feuchtigkeit weiter längs Pfeil **37b** transportiert wird. Auf diese Weise erfolgt in jedem der Destillationsbereiche **36** eine Verringerung der Restfeuchte, so dass deren relativer Gehalt abnimmt und das Material dementsprechend zunehmend zähflüssig bis feststoffartig mit plastischer Verformbarkeit wird. Am Auslass des Extruders kann schließlich ein plastisch verformbares Polymermaterial anliegen, das eine sehr geringe Restfeuchte hat oder eine Restfeuchte eines gewünschten Werts oder innerhalb eines gewünschten Wertebereichs, etwa um die weitere Verarbeitbarkeit in anderen Maschinen oder Gerätschaften zu unterstützen.

[0089] Das Material kann dann schlussendlich am Auslass **33** extrudiert werden, beispielsweise als zunächst kontinuierlicher Strang des Materials mit gewünschter Querschnittsformgebung. Es kann aber auch gleich hier am Auslass eine weitere Zerstückelung stattfinden, so dass etwa Pellets oder kurze Materialstücke vorliegen. Der Extruder kann am Auslass eine einzige Öffnung aufweisen oder mehrere parallel liegende, aus denen heraus parallel Materialstränge extrudiert werden.

[0090] Der Einlass des Extruders **30** kann Material von einem Dünnschichtverdampfer **15** oder von einem Fallfilmverdampfer **13, 14** empfangen. Der Ausgang des Extruders **30** kann mit weiteren Gerätschaften verbunden sein, etwa mit einer (nicht gezeigten) Trocknungsschnecke zur weiteren Trocknung des extrudierten Materials, oder mit einer Mühle **21** oder ähnlichem.

[0091] **Fig. 4** zeigt schematisch einen Destillationsbereich **36a**. Er weist eine Öffnung **47** in der Wand **31** des Extruderkörpers auf. Vorzugsweise liegt die Öffnung **47** oben (bezüglich Gravitationsrichtung), so dass Material nicht davonfließt. Es ist ein Ansatz **41** vorgesehen, der von der Gehäusewand **31** aus radial bezogen auf die Schneckendrehung weg führt und die mit einem distalen Flansch **42** versehen sein kann.

[0092] Allgemein gesprochen ist der Extruder **30** ein geschlossenes System ohne unmittelbaren Zugang von außen oder nach außen. Auch die Destillationsbereiche **36** können geschlossene Bereiche sein. Am Ansatz **41** bzw. Flansch **42** kann beispielsweise eine

überwölbende Kuppel bzw. Kupplung **43** angebracht sein, die wiederum einen Stutzen **44** aufweist, an der eine Leitung **45** ansetzen kann. Die Kuppel **43** dient dem Sammeln und Führen des austretenden Materials (Lösungsmittel und ggf. Wasser, dampfförmig oder schon flüssig), und Stutzen **44** und Leitung **45** dienen dessen Ableitung.

[0093] Vorzugsweise werden Wasser und/oder Lösungsmittel gasförmig/dampfförmig aus dem Material austreten und dann über Stutzen **44** und Leitung **45** abgeleitet. Dies kann passiv geschehen, indem entsprechend den Druckverhältnissen der Dampf längs Pfeil **37d** über den Stutzen **44** zur Leitung **45** wandert. Oder es kann aktiv gesaugt/abgesaugt werden.

[0094] **46** symbolisiert das im Extruder vorhandene und transportierte Material. **46a** ist die Oberfläche des Materials im Destillationsbereich **36a**. Es zeigt sich, dass das im Destillationsbereich umgrenzte Volumen **48** nicht vollständig vom Material **46** eingenommen ist. Vielmehr ist freies Volumen vorhanden, das die freiliegende Oberfläche **46a** des Materials **46** erhöhen soll, so dass dementsprechende Restfeuchte aus dem Material **46** ähnlich einer Destillation abdampfen kann. Es kann in einem Destillationsbereich ein nicht gezeigter Füllstandssensor vorgesehen sein. Die Anlagenparameter können so gesteuert oder geregelt werden, dass das vollständige Verfüllen des freien Volumens des Destillationsbereichs **36** vermieden wird bzw. dass ein Sollfüllstand nicht überschritten wird.

[0095] Der Verdampfungs- bzw. Destillationseffekt kann erhöht werden, indem eine nur schematisch angedeutete Heizung **49** vorgesehen ist, die im Destillationsbereich **36** oder stromaufwärts davon das Material **46** erwärmt. Die Heizung kann elektrisch arbeiten oder mittels Strahlung (Mikrowellen) oder über einen Wärmetauscher.

[0096] Um eine möglichst homogene Materialdurchmischung zu gewährleisten, können außerdem Knetvorrichtungen **50** vorgesehen sein, die das Material **46** knetend durchmischen. Eine Knetvorrichtung **50** kann außerhalb eines Destillationsbereichs **36** vorgesehen sein, etwa stromaufwärts davon, und/oder innerhalb eines Destillationsbereichs **36**.

[0097] Mit **35a** ist der Schneckenkern symbolisiert, mit **35b** der Schneckenwendel. Deren Gestaltung kann so sein, dass am stromabwärtigen Ende eines Destillationsbereichs **36a** die Schnecke selbstziehend ist und deshalb Material **46** zuverlässig aus dem Destillationsbereich **36** abführt, so dass sichergestellt ist, dass das Volumen **48** im Destillationsbereich **36** nicht mit Material **46** verfüllt wird. Die gewünschten Transporteigenschaften der Schnecke können durch variable Gestaltung des Kerndurchmessers und/oder

des Außendurchmessers und/oder der Ganghöhe der Schnecke gestaltet werden.

[0098] Die Leitung **45** kann eine starre Rohrleitung sein oder ein Schlauch. Sie kann beispielsweise zu einem Kondensator führen, in dem die abgeleiteten Dämpfe zu Flüssigkeit kondensiert werden. Die Leitung **45** kann aber beispielsweise auch direkt in ein Vorratslager von zu lösendem Rohmaterial führen, so dass dieses gleich dort von Lösungsmitteldämpfen angelöst wird.

[0099] Der Extruder arbeitet im Wesentlichen nicht bei Unterdruck bzw. zeigt nur geringe Unterschreitungen des atmosphärischen Drucks (nicht unter 500 hPa). Soweit die im Destillationsbereich **36** austretenden Dämpfe abgesaugt werden, können hierbei geringe Unterdrücke (nicht unter 500 hPa) entstehen. Der Extruder setzt das Material bereichsweise unter Überdruck (ggü. Atmosphärendruck), wenigsten am Ausgang, um das Restmaterial zu extrudieren.

[0100] Ganz allgemein kann es vorgesehen sein, dass im Extruder ein Additiv zugegeben wird und mit dem sonstigen Material vermengt wird. Es kann hierfür ein separater (nicht gezeigter) weite Einlass vorgesehen sein, oder das Additiv kann über den schon genannten Einlass **32** wie das Hauptmaterial zugegeben werden. Es erfolgt dann mittels der Schnecke **35** und gegebenenfalls der Kneteinrichtung **50** ein Vermischen der Materialien, so dass das Additiv am Ausgang **33** des Extruders innig und homogen mit dem sonstigen Material vermengt und vermischt ist.

[0101] Der Extruder kann eine nicht gezeigte Steuerung oder Regelung aufweisen. Sie kann eingangsseitig mit Sensorik am Extruder oder andernorts im Prozess verbunden sein und/oder ausgangsseitig mit Aktorik am Extruder. Die Sensorik kann einen oder mehrerer Temperatursensoren, ggf. über die Länge des Extruders oder über die mehreren Destillationsbereiche verteilt, aufweisen, und/oder einen oder mehrerer Restfeuchtesensoren, ggf. auch über die Länge des Extruders oder über die mehreren Destillationsbereiche verteilt, und/oder einen oder mehrerer Füllstandssensoren etwa an einem Destillationsbereich **36**, ggf. auch über die Länge des Extruders oder über die mehreren Destillationsbereiche verteilt. Die Aktorik kann die Heizung **49** und/oder die Kneteinrichtung **50** und/oder der Extruderantrieb **34** und/oder eine nicht gezeigte Materialzuführung sein. Elemente der Aktorik können nach Maßgabe von Signalen von der Sensorik betätigt werden. Bspw. kann die Heizung und/oder die Antriebsdrehzahl nach Maßgabe der am Extruderausgang gemessenen Restfeuchte eingestellt werden, und/oder es kann die Materialzuführung nach Maßgabe eines gemessenen Füllstandes betrieben werden. Die Steuerung kann se-

parat für den Extruder vorgesehen oder Teil der gesamten Anlagensteuerung sein.

[0102] Als Verfahren dargestellt wird ein Extruder dazu verwendet, eine einlassseitig empfangene Lösung zum Auslass hin zu extrudieren und dabei in Destillationsbereichen Restfeuchte aus Lösungsmittel und gegebenenfalls auch Wasser abzuleiten. Wie schon genannt, kann ein Beheizen des Materials erfolgen oder ein Durchkneten des Materials. Es kann an mehreren Destillationsbereichen vorbeigeführt werden. Das Verfahren umfasst das Zuleiten von Eingangsmaterial der genannten Eingangszusammensetzung hinsichtlich Wasser, Lösungsmittel und Zielpolymer und gegebenenfalls Füllstoff, und den Betrieb des Extruders so, dass Material mit der gewünschten Ausgangszusammensetzung entsteht. Es kann ein Füllstoff/Additiv zugegeben werden. Genauso kann aber das dem Extruder zugeführte Material schon früher zugesetzte Additive (etwa im Fallfilmverdampfer oder im Dünnschichtverdampfer zugeführt) aufweisen. Nach Maßgabe der am Extruderausgang gemessenen Restfeuchte kann geheizt und/oder die Antriebsdrehzahl eingestellt werden, und/oder nach Maßgabe eines gemessenen Füllstandes kann die Materialzufuhr (Menge pro Zeit) betrieben bzw. eingestellt werden.

[0103] Es kann bevorzugt sein, dass der Extruder Material ohne Füllstoffe/Additive verarbeitet, also - abgesehen von Verunreinigungen - ein Gemisch nur aus Lösungsmittel und gelöstem Mittel und ggf. Wasser. Der Extruder kann aber auch schon mit Füllstoffen/Additiven versehenes Material empfangen und/oder Füllstoffe/Additive selbst einmischen. Es kann dann gewünscht sein, zuletzt Gemische mit nicht allzu großen Mengen an Füllstoffen/Additiven zu haben, etwa mit einem Anteil am Gesamtgewicht über 0,1 % oder über 1 %, aber unter 20% oder unter 10%.

[0104] Im Folgenden wird ein Ausführungsbeispiel für die industrielle Anwendung des Extruders beschreiben.

AUSFÜHRUNGSBEISPIEL

Herstellung eines Master-Batches aus Polyethylen und Ruß

[0105] Das Verfahren umfasst eine erste Stufe, in der ein Polyethylenprodukt unter Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens aus einer Mehrschichtfolie mit einer Polyamidschicht und einer Polyethylenschicht gewonnen wird, und eine zweite Stufe, in der das Polyethylenprodukt mit Ruß versetzt werden kann.

Herstellung von vorzugsweise pulverförmigem Polyethylenprodukt mit 3-5% Lösemittelgehalt

[0106] Die PA-PE-Mehrschichtfolie wird durch Granulieren zerstört, um das Polyethylen besser für den Lösevorgang zugänglich zu machen. Das Granulat wird, wie Vergleichsversuche ergeben haben, wesentlich leichter gelöst als Schnipsel aus der PA-PE-Mehrschichtfolie. Das PA-PE-Granulat wird anschließend mit einer Förderschnecke **5** in den Prozessbehälter **1** in **Fig. 2** gefördert, der mit heißem Wasserdampf **19** bei einer Temperatur von 100 °C-120°C gehalten wird. Testbenzin vom Typ **4** wird im Lösemittelvorratsbehälter **4** auf 120 °C erhitzt und dann in den Prozessbehälter **1** gepumpt, wo es bei einer Temperatur von 100-120°C das Polyethylen aus dem Granulat herauslöst. Die Temperatur wird durch heißen Wasserdampf bei 100-120 °C gehalten. Der Inhalt des Prozessbehälters **1** wird konstant umgepumpt. Die damit verbundene Bewegung ersetzt das Rührwerk und beschleunigt den Lösevorgang. Nach 15 min wird eine Lösung erhalten, die 90 % des vorgelegten Polyethylens in gelöster Form enthält. Die Polyethylenlösung wird unter Verwendung von 1 Gewichtsteil Polyethylen und **8** Gewichtsteilen Testbenzin hergestellt. Das in dem Testbenzin unlösliche Polyamid setzt sich schnell mit noch nicht gelöstem Polyethylen am Boden des Prozessbehälters **1** ab. Die Polyethylenlösung bildet den Überstand und wird in einen Sammelbehälter abgepumpt. Im kontinuierlich durchgeführten Verfahren wird der Lösevorgang alle 30 min mit einer neuen Charge der aufgearbeiteten PA-PE-Mehrschichtfolie wiederholt.

[0107] Die am Boden von Prozessbehälter **1** anfallende Suspension aus Polyamidpartikeln, ungelöstem Polyethylen und Polyethylenlösung wird in einen weiteren Prozessbehälter **2** gepumpt, in dem noch nicht gelöstes Polyethylen mit frischem Testbenzin bei 100 - 120 °C herausgelöst wird. Der Behälterinhalt wird auch hier umgepumpt. Das Verhältnis von Feststoffen zu Lösemittel beträgt 1 zu 3. Die Polyethylenlösung wird mit der Hauptlösung im Sammelbehälter vereinigt.

[0108] Die Suspension aus Polyamidpartikeln in Testbenzin wird auf eine Entwässerungsschnecke **20** gepumpt, nochmals mit 100-120 °C heißem Testbenzin gespült, wobei ein Material erhalten wird, das zu 98 % aus Polyamid mit einem Restgehalt an Polyethylen besteht. Die Suspension wird zentrifugiert, das abgeschiedene Polyamid wird mit Wasserdampf mit einer Temperatur von 150 °C gespült, dann aus der Zentrifuge entnommen und in eine beheizte Förderschnecke gegeben. Die Beheizung der Förderschnecke dient dem Verdampfen des Lösemittels, das durch einen Heißluftstrom verstärkt wird. Nach Verlassen der Förderschnecke wird das Polyamid einem Vakuumtrockner zugeführt, in dem ein letztes Mal am Polyamid haftendes Testbenzin mit 150 °C

heißem Wasserdampf entfernt wird und dann die Vortrocknung des Polyamids bei 130 °C im Vakuum erfolgt. Nach einer weiteren Trocknung in einem Feststofftrockner kann das körnige Polyamid für die weitere Verwertung in Säcke gefüllt werden.

[0109] Die Kondensate, die in den verschiedenen Verfahrensschritten anfallen, werden in einen Absetzbehälter gefördert. In dem Absetzbehälter fällt das Lösemittel mit einer Dichte von 0,7 g/cm³ als obere Schicht an. Eine Zwischenschicht besteht aus mitgerissenen Polymerpartikeln mit einer Dichte von 0,9 g/cm³, die abgeschieden wird. Die untere Schicht besteht aus Wasser mit einer Dichte von 1,0 g/cm³. Alle drei Phasen werden dem Herstellungsverfahren wieder zugeführt.

[0110] Die vom Polyamid befreite Polyethylenlösung in dem Sammelbehälter **6** wird durch Heißwasser in einer externen Heizung bei einer Temperatur von 90 °C gehalten. Die Polyethylenlösung wird durch ein Zufuhrrohr **9** in den Kopfbereich **10** eines Fallfilmverdampfers **7** geleitet, der **96** Rohre umfasst, die mit Hilfe von heißem Wasserdampf, der mit einem Überdruck von 0,9 bar durch Rohre **13** fließt, bei einer Temperatur von 140 °C gehalten werden. Der Kopfbereich **10** ist mit der Zielpolymerlösung gefüllt, um eine gleichmäßige Befüllung der **96** Rohre zu gewährleisten. Im Kopfbereich **10** wird Hochdruckdampf mit einer Temperatur von 160 °C über eine oder mehrere Düsen, die auch den Druck reduzieren, vorzugsweise mit dem Strom, gegebenenfalls zusätzlich gegenstromig in den Strom der Polyethylenlösung eingeleitet. Der heiße Wasserdampf erhitzt die Polyethylenlösung und führt bei der Einleitung zur Bildung von Dampfblasen und -bläschen in der Zielpolymerlösung, in die hinein das Lösemittel verdampft. Der Wasserdampf kann mit einem weiteren Gas, z. B. Inertgas, Stickstoff) vermischt eingeleitet werden. Der Einleitmechanismus kann zur Optimierung der Blasenbildung ausgelegt sein, etwa indem er eine hohe Zahl von in die Lösung eingetauchte Düsen ($n > 5$ oder > 10 oder > 20) relativ geringen Querschnitts aufweist. Die Ausrichtung der Düsen (d. h. der Fluidström aus ihnen heraus) kann parallel sein. Sie können aber mindestens teilweise auch paarweise nicht parallel bzw. sich kreuzend angeordnet sein. Die Dampfeinleitung kann z. B. in einer Lösungszuleitung für die Lösemittel/PE Lösung eines Verdampfers erfolgen, etwa kurz stromaufwärts des Zuleitungsendes.

[0111] Die mit dem Wasserdampf versetzte und mit Dampf- und ggf. Gasblasen angereicherte erhitzte Polyethylenlösung gelangt in die **96** Rohre des Fallfilmverdampfers **7**, fließt als dünner Film auf der beheizten Oberfläche der Rohre **13** in Richtung des Sumpfabzugs **11** des Fallfilmverdampfers **7**. Unter diesen Bedingungen wird ein Gemisch aus Testbenzindämpfen und Wasserdampf ausgetrieben und

werden Wassermoleküle in die Polyethylenstruktur eingelagert. Die Temperatur, bedingt durch die externe Heizung und den heißen Wasserdampf, und die Eigenschaften von Lösemittel und Polymer sind so, dass sich bis zum Sumpfabzug **11** des Fallfilmverdampfers **7** die Lösemittelmenge halbiert. Der Dampf wird mit einem Separator von der Flüssigkeit abgetrennt und der Kondensation und Rückgewinnung von Wasser und Lösemittel zugeführt. Das Mengenverhältnis von Polyethylen zu Testbenzin liegt dann bei 1:4.

[0112] Die aufkonzentrierte erhitzte Polyethylenlösung wird in einen zweiten Fallfilmverdampfer **7** geleitet, dessen Konstruktion identisch mit der Konstruktion des ersten Fallfilmverdampfers **7** ist. Auch hier wird der heiße Wasserdampf mit einer Temperatur von 140-160 °C in den Kopfbereich **10** des Fallfilmverdampfers **8** eingeleitet, was zur weiteren Erhitzung der Zielpolymerlösung und zur Anreicherung von Glasbläschen in der Zielpolymerlösung führt, die die Verdampfungsoberfläche vergrößern. Die Wasserdampfbläschen reichern sich mit Lösemittel an. Am unteren Ende des zweiten Fallfilmverdampfers **8** liegt das gewichtsbezogene Mengenverhältnis von Polyethylen zu Testbenzin bei 1:1. Der Dampf wird mit einem Separator von der Flüssigkeit abgetrennt und der Kondensation und Rückgewinnung von Wasser und Lösemittel zugeführt. Die Lösung ist deutlich viskoser, ähnlich heißem Honig. Wenn diese hochviskose Lösung abgekühlt wird, erhält man einen wachsartigen Feststoff, der sich mechanisch leicht zerbröseln lässt.

Herstellung des Carbon-Black-Masterbatches

[0113] In einem Additivbehälter **17** wird eine konzentrierte Aufschlämmung von Ruß in Testbenzin vorbereitet. Der Ruß kann eine Rußsorte zur Färbung und/oder eine Rußsorte zur Erlangung einer elektrischen Leitfähigkeit im Polyethylen sein. Ruß und Testbenzin werden gemischt. Die Temperatur wird mit heißem Wasserdampf auf 160-180 °C eingestellt. Die Polyethylenlösung aus dem zweiten Fallfilmverdampfer **8**, mit einem Verhältnis 1:1 (Zielpolymer:Testbenzin) und die Rußsuspension aus dem Additivbehälter **17** werden in einer Mischvorrichtung **18** unter Zugabe von heißem Wasserdampf vereint und vermischt. Die mit Ruß angereicherte zähflüssige Polyethylenlösung wird dann in einen Dünnschichtverdampfer **15** gegeben. Es wird heißer Wasserdampf mit einer Temperatur von 140-160 °C in den Produktstrom oder über ihn hinweg geleitet. Der Dünnschichtverdampfer **15** selbst wird mit heißem Wasserdampf von 140 °C bei einem leichtem Unterdruck von 0,9 bar beheizt, der durch ein Rohrleitungssystem in dem Dünnschichtverdampfer **15** strömt. In dem Dünnschichtverdampfer **15** wird weiterhin ein Gemisch aus Wasserdampf und Testbenzindampf ausgetrieben, bis der Flüssigkeitsgehalt des Zielpolymer bei nur noch 10-20

Gew.-% liegt. Unter diesen Bedingungen liegt das rußhaltige Polyethylen als schwarzes krümeliges Polyethylen mit einem Rußgehalt von 60 Gew.-% vor.

[0114] Dann wird das Gemisch in den beschriebenen Extruder **30** gegeben und wie beschrieben weiter verarbeitet. Vom Extruder **30** aus wird das Masterbatch aus Polyethylen und eingeschlossenem Ruß in eine Mühle **21** transportiert. In der Mühle **21** wird das Masterbatch zerkleinert und über eine Schnecke **22** ausgetragen. In einer Trocknungsschnecke wird das Masterbatch bei 100 °C auf eine Restfeuchte an Lösemittel und ggf. Wasser von 3-5 % getrocknet.

[0115] Das Masterbatch mit einer Restfeuchte an Lösemittel von 3-5 % wird dann dem abschließenden Granulierprozess zugeführt. Durch die Restfeuchte erhöht sich der Schmelzflussindex des Masterbatches in der Schnecke von 5 auf 10, wodurch die Einarbeitung des Rußes in das Polyethylen unter optimaler Verteilung des Rußes erleichtert wird und die Granulatbildung verbessert wird.

[0116] Es wird ein Ruß-Masterbatch in Granulatform mit einem Rußgehalt von 60 Gew.-% erhalten. Alternativ kann das Masterbatch als Zielpolymerprodukt nicht in Granulat- sondern in Pulverform getrocknet werden, was Vorteile bei der Verwendung als Masterbatch haben kann.

[0117] In der vorstehenden Beschreibung sollen Merkmale auch dann als miteinander kombinierbar angesehen werden, wenn dies nicht ausdrücklich gesagt ist, soweit deren Kombination nicht technisch unmöglich bzw. unsinnig ist. Beschreibungen von Verfahren und Verfahrensschritten sind auch als Beschreibungen von Einrichtungen zur Implementierung des jeweiligen Verfahrens bzw. Verfahrensschritts zu verstehen, und umgekehrt.

[0118] Merkmalskombinationen K1 ff, die in Verbindung mit dem Extruder, der beschriebenen Anlage und dem Verfahren stehen können, können wie folgt beschrieben werden:

[0119] K1. Verfahren zur Herstellung eines festen Zielpolymerprodukts aus einer Zielpolymerlösung, das folgende Schritte umfasst: a) Herstellen der Zielpolymerlösung durch Auflösen des Zielpolymer in einem Lösemittel oder Herauslösen des Zielpolymer mit einem Lösemittel aus einem Verbundmaterial oder einem Gemisch und Abtrennen der Zielpolymerlösung von den unlöslichen Bestandteilen, b) Aufkonzentrieren der Zielpolymerlösung, die eine Temperatur von mindestens der Siedetemperatur von Wasser aufweist, durch Inkontaktbringen der Zielpolymerlösung mit Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur des Wassers vorzugsweise in mindestens einem Fallfilmverdampfer und/oder mindestens einem Dünnschichtverdampfer

fer, und anschließendes Extrudieren in einem beschriebenen Extruder, wodurch ein Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben wird, bis das Zielpolymerprodukt die Form eines verformbaren Feststoffs aufweist, wobei die Temperatur der Zielpolymerlösung beim Austreiben des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs unter der Siedetemperatur der Zielpolymerlösung bleibt.

[0120] K2. Verfahren nach K1, dadurch gekennzeichnet, dass der in Schritt b) erhaltene Feststoff in einem weiteren Schritt c) durch Erhitzen ohne Inkontaktbringen mit Wasserdampf getrocknet wird.

[0121] K3. Verfahren nach K1 oder K2, dadurch gekennzeichnet, dass das Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel in den Verfahrensschritten unabhängig voneinander in den folgenden Bereichen liegt: - vor Schritt b) im Bereich von 1:5 bis 1:20 Gewichtsteilen, - nach Schritt b) und vor Schritt c) im Bereich von 7 bis 16 Gew.-% Lösemittel bei einem zusätzlichen Wassergehalt von 2 bis 8 Gew.-% und - nach Schritt c) im Bereich von 1 bis 7 Gew.-% Lösemittel.

[0122] K4. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass der Schritt b) in einem oder mehreren Fallfilmverdampfern (7, 8) und/oder einem oder mehreren Dünnschichtverdampfern (15) durchgeführt wird.

[0123] K5. Verfahren nach K4, dadurch gekennzeichnet, dass in dem oder den Fallfilmverdampfern (7, 8) so viel Lösemittel ausgetrieben wird, dass das Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel im Bereich von 1:0,5 bis 1:4 Gewichtsteilen liegt, und dass in dem oder den Dünnschichtverdampfern (15) so viel Lösemittel ausgetrieben wird, dass die Zielpolymerlösung 7 bis 16 Gew.-% Lösemittel, bezogen auf das Gesamtgewicht von Zielpolymer und Lösemittel, enthält.

[0124] K6. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Durchführung von Schritt b) ein Additiv oder ein Gemisch von Additiven zugegeben wird, wobei das Additiv oder das Gemisch von Additiven - zu der Zielpolymerlösung gegeben wird, sobald durch das Verdampfen von Lösemittel das Mengenverhältnis von Zielpolymer zu Lösemittel auf einen Wert im Bereich von 1:0,5 bis 1:4 Gewichtsteilen gestiegen ist oder - in die Zielpolymerlösung eingemischt wird, bevor sie in den ersten Dünnschichtverdampfer (15) eingebracht wird.

[0125] K7. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass nach Schritt b) und vor Schritt c) und/oder nach Schritt c) ein weiteres Additiv oder Gemisch von Additive zugegeben wird.

[0126] K8. Verfahren nach K6 oder K7, dadurch gekennzeichnet, dass die Additive feste Additive sind, die unter Rußen, organischen Pigmenten, anorganischen Pigmenten, Farbstoffen, verstärkenden Füllstoffen, wie Talkum, Glasfasern, Kohlefasern, Glasballs, metallischen Partikeln und Gemischen davon ausgewählt werden, wobei das Additiv oder das Gemisch von Additiven in fester Form, in flüssiger Form, als Suspension oder als Lösung vorliegt.

[0127] K9. Verfahren nach einem der K6 bis K8, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Additiv um einen Ruß zum Färben der Zielpolymere oder einen Ruß für elektrisch leitende Zielpolymere handelt, der in einem Anteil von mehr als 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht an Zielpolymer, Additiv und Lösemittel, zugegeben wird.

[0128] K10. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass das Zielpolymer ein Polyolefin ist.

[0129] K11. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösemittel unter Fettsäureestern, Erdölfractionen, Benzinfractionen, Dieselmotoren, aliphatischen Kohlenwasserstoffen, alicyclischen Kohlenwasserstoffen, aromatischen Kohlenwasserstoffen einzeln oder im Gemisch ausgewählt wird.

[0130] K12. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösemittel eine Siedetemperatur oberhalb von 100 °C, vorzugsweise oberhalb von 110 °C aufweist.

[0131] K13. Verfahren nach einem der K1 bis K11, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösemittel unter Biodiesel mit einem Siedebereich von etwa 300 bis 570 °C, Rapsöl, Heizöl mit einem Siedebereich von 170 bis 390 °C, Dieselmotoren mit einem Siedebereich von 170 bis 390 °C, Testbenzin vom Typ 1 (Siedebereich 130-185 °C), vom Typ 2 (Siedebereich 140-200 °C), vom Typ 3 (Siedebereich 150-190 °C), vom Typ 4 (Siedebereich 180-220 °C) und vom Typ 5 (Siedebereich 130-220 °C), Siedegrenzbenzin vom Typ 2 (Siedebereich 80-110 °C), Siedegrenzbenzin vom Typ 3 (Siedebereich 100-140 °C), Waschbenzin mit einem Siedebereich von 80 bis 110 °C, Aliphatin mit einem Siedebereich von 100 bis 160 °C, Ligroin mit einem Siedebereich von 150 bis 180 °C, Kerosin mit einem Siedebereich von 180 bis 270 °C, C7-C20-n-Alkan-Fractionen, C7-C20-Isoalkanen, Isoparaffinen, Cycloheptan oder als Gemisch zweier oder mehrerer dieser Substanzen ausgewählt wird und weitere Zusätze aufweisen kann, die unter 20 oder unter 10 oder unter 5 oder unter 2 Gew.-% liegen können.

[0132] K14. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass der Wasser-

dampf eine Temperatur im Bereich von 110 bis 250 °C aufweist.

[0133] K15. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass die Zielpolymerlösung in Schritt b) zusätzlich durch eine oder mehrere Heizvorrichtungen (**13, 14**) erhitzt wird.

[0134] K16. Verfahren nach K15, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfungsoberflächen der Fallfilmverdampfer (**7, 8**) und/oder der Dünnschichtverdampfer (**15**) bei einer Temperatur von 80 bis 200 °C gehalten werden.

[0135] K17. Verfahren nach einem der K4 bis K16, dadurch gekennzeichnet, dass der heiße Wasserdampf in der Zuleitung (**9**) zum Fallfilmverdampfer (**7, 8**) oder im Kopfbereich (**10**) des Fallfilmverdampfers (**7, 8**) in die Zielpolymerlösung eingeleitet wird und in der Zielpolymerlösung Wasserdampfbläschen gebildet werden, in die das Lösemittel hinein verdampft, wodurch die Gesamtverdampfungsoberfläche vergrößert wird.

[0136] K18. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass das als Ausgangsmaterial verwendete sortenreine Zielpolymer, Verbundmaterial oder Gemisch vor dem Auflösen in Schritt a) in ein Granulat übergeführt wird.

[0137] K19. Verfahren nach einem der vorhergehenden K, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösemittel eine Siedetemperatur im Bereich von 180 bis 220 °C aufweist, das Zielpolymer bei 50 bis 150 °C in dem Lösemittel gelöst wird, die Zielpolymerlösung in dem einen oder mehreren Fallfilmverdampfern und/oder dem einen oder mehreren Dünnschichtverdampfern mit Hochdruckwasserdampf mit einer Temperatur von 140 bis 180 °C versetzt wird, um ein Lösemittel-Dampfgemisch auszutreiben, und der eine oder die mehreren Fallfilmverdampfer und/oder der eine oder die mehreren Dünnschichtverdampfer zusätzlich extern mit Wasserdampf mit einer Temperatur von 120 bis 140 °C beheizt werden.

[0138] K20. Additivfreies oder additivhaltiges Zielpolymerprodukt, erhältlich nach dem Verfahren nach einem der K1 bis K19.

[0139] K21. Zielpolymerprodukt als Masterbatch, das ein Polymer und Ruß umfasst, wobei der Rußgehalt mindestens 51 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Masterbatches, beträgt, vorzugsweise mindestens 60 Gew.-%.

[0140] K22. Zielpolymerprodukt als Masterbatch oder Compoundmaterial, das ein Polymer und eine Rußsorte als Additiv für elektrisch leitenden Kunststoff umfasst, wobei der Rußgehalt mindestens 40

Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht des Zielpolymerprodukts beträgt.

[0141] K23. Zielpolymerprodukt als Masterbatch, das ein Polymer und Farbpigmente umfasst und eine körnige oder pulverförmige Struktur aufweist.

[0142] K24. Zielpolymerprodukt als faserverstärktes Compoundmaterial, das ein Polymer und neben anderen Additiven Fasern umfasst, die eine Länge von mindestens 2 mm aufweisen.

[0143] K25. Additivfreies oder additivhaltiges Polymerprodukt, das zur Verbesserung des Schmelzflussindex einen Lösemittelgehalt von 1 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% aufweist.

[0144] K26. Vorrichtung zur Durchführung eines der obigen Verfahren ohne mechanische Rührer, die umfasst: - einen oder mehrere Prozessbehälter (**1, 2**) für die Herstellung der Zielpolymerlösung, in denen die Lösung durch Pumpen umgewälzt wird, - einen oder mehrere Fallfilmverdampfer (**7, 8**) und/ oder einen oder mehrere Dünnschichtverdampfer (**15**), die über Rohre mit dem oder den Prozessbehältern (**1, 2**) verbunden sind, in denen das Lösemittel durch Wasserdampf oder Heißdruckwasserdampf aus der Zielpolymerlösung ausgetrieben wird, wobei der Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur zum Durchmischen in den Kopfbereich (**10**) des Verdampfer (**7, 8**) eingeleitet wird, um in der Zielpolymerlösung Wasserdampfbläschen zu bilden, die die Verdampfungsoberfläche des Verdampfers (**7, 8**) vergrößern, wobei gegebenenfalls Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur als zusätzlich im Gleichstrom am Kopf (**10**) des oder der Verdampfer (**7, 8**) und/oder im Gegenstrom im Sumpfabzug (**11, 12**) des oder der Verdampfer (**7, 8**) eingeleitet wird.

Bezugszeichenliste

1	Prozessbehälter
2	Prozessbehälter
3	Lösemittelvorratsbehälter
4	Heizvorrichtung
5	Förderschnecke
6	Sammelbehälter
7, 8	Fallfilmverdampfer
9	Zuführrohr
10	Kopfbereich
11, 12	Sumpfabzug
13, 14	Rohre
15	Dünnschichtverdampfer

16	Schnecke
17	Additivaufbereitungseinrichtung
18	Vorlagenbehälter
19	Wasserdampf
20	Förderschnecke zum Abtransportieren
21	Mühle
22	Schnecke
30	Extruder
31	Gehäuse
32	Materialeinlass
33	Materialauslass
34	Antrieb
35	Schnecke
35a	Schneckenkern
35b	Schneckenwendel
36a - 36d	Destillationsbereiche
37a - 37d	Bewegungsrichtungen
41	Ansatz
42	Flansch
43	Kuppel
44	Stutzen
45	Leitung
46	Material
46a	Materialoberfläche
47	Öffnung
48	Volumen
49	Heizeinrichtung
50	Kneteinrichtung

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- EP 1124908 B1 [0009]
- EP 0644230 B1 [0010]
- EP 1646678 B1 [0011]
- US 2008/47671 A1 [0012]
- DE 102014114831 A1 [0014]
- DE 2016106726 A1 [0014]
- DE 4113336 C1 [0015]
- DE 60012778 T2 [0015]
- DE 60113973 T2 [0015]
- DE 69033888 T2 [0015]
- DE 69918586 T2 [0015]
- DE 602005003814 T2 [0015]
- US 6239225 B1 [0015]
- US 6348636 B1 [0015]
- US 6031142 A [0015]
- CA 617788 A [0015]
- JP 2002003639 A [0015]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- D. W. van Krevelen, 1990, S. 200-202 - „Polymer Handbook“ [0015]
- J. Brandrup und E. H. Immergut, Hrsg. 2. Auflage S. IV-337 bis IV- 359 - Kunststoff-Handbuch, Bd. 1 Die Kunststoffe, Hrsg. G. W. Becker, D. Braun [0015]
- „Properties of Polymers“, D. W. van Krevelen, 1990, S. 200-202, „Polymer Handbook“ [0036]
- J. Brandrup und E. H. Immergut, Hrsg. 2. Auflage S. IV-337 bis IV-359 [0036]

Patentansprüche

1. Extruder (30), mit einem Gehäuse (31), einem ersten Materialeinlass (32) für ein Gemisch (46) mindestens aus Lösungsmittel und gelöstem Mittel, einem Materialauslass (33), einer im Gehäuse drehbaren Schnecke (35) und einem Schneckenantrieb (34), **gekennzeichnet durch**

mindestens einen Destillationsbereich (36a-d) zwischen Einlass (32) und Auslass (33), der einen Austritt von Lösungsmittel gestattet, und eine Ableitung (43 - 45) für das Lösungsmittel.

2. Extruder nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Destillationsbereich (36a-d) eine Ausweitung im Gehäuse (31) aufweist, an der die Ableitung angesetzt ist.

3. Extruder nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Schnecke (35) am stromabwärtigen Ende der Ausweitung eine selbstziehende Gestaltung hat.

4. Extruder nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Gestaltung so ist, dass im Betrieb das Volumen (48) der Ausweitung nur teilweise vom transportierten Gemisch (46) eingenommen wird und die Ableitung am nicht eingenommenen Volumen angesetzt ist.

5. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, mit einem zweiten Materialeinlass für die Zugabe eines Zuschlagstoffes.

6. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, mit einer Kneteinrichtung (50) zum Kneten des Materials im Extruder.

7. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, mit zwei, drei, vier, fünf oder mehreren Destillationsbereichen (36a-d), die aufeinander folgend längs der Schnecke (35) angeordnet sind.

8. Extruder nach den Ansprüchen 5 und 6, bei dem eine Kneteinrichtung (50) zwischen zwei Destillationsbereichen liegt.

9. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, der dazu ausgelegt ist, im Destillationsbereich ein Abdampfen des Lösungsmittels zu ermöglichen, und wobei die Ableitung eine Dampfableitung aufweist.

10. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass er für Betrieb bei Atmosphärendruck oder demgegenüber erhöhtem Druck ausgelegt ist.

11. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, **gekennzeichnet durch** eine Steuerung, die dazu ausgelegt ist, ihm ein Gemisch aus Lösungsmittel,

Wasser und gelöstem Mittel zuzuführen, das am Eingang einen Gehalt von mindestens 10% oder 20% und/oder höchstens 35% oder 25% von Lösungsmittel und Wasser hat (Gew.-%).

12. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, **gekennzeichnet durch** eine Steuerung, die dazu ausgelegt ist, den Betrieb so zu steuern, dass das Gemisch aus Lösungsmittel, Wasser und gelöstem Mittel am Ausgang des Extruders einen Gehalt von höchstens 2 % oder 1 % und/oder mindestens 0,1 % oder 0,3 % von Lösungsmittel und Wasser hat (Gew.-%).

13. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, **gekennzeichnet durch** eine Heizung (49) zum Aufheizen des Gemischs (46) im Extruder, die im Bereich eines Destillationsbereichs oder stromaufwärts davon vorgesehen sein kann und elektrisch und/oder durch Wärmetausch und/oder durch Strahlung wirken kann.

14. Extruder nach einem der vorherigen Ansprüche, mit einer Steuerung oder Regelung, die mit Sensorik am Extruder und/oder mit Aktorik am Extruder verbunden ist, wobei die Sensorik einen oder mehrere Temperatursensoren und/oder einen oder mehrere Restfeuchtesensoren und/oder einen oder mehrere Füllstandssensoren aufweisen kann und die Aktorik die Heizung (49) und/oder die Kneteinrichtung (50) und/oder den Extruderantrieb (34) und/oder eine nicht gezeigte Materialzuführung umfassen kann, wobei die Steuerung dazu ausgelegt sein kann, Elemente der Aktorik nach Maßgabe von Signalen von der Sensorik zu betätigen, insbesondere die Heizung und/oder die Antriebsdrehzahl nach Maßgabe der am Extruderausgang gemessenen Restfeuchte einzustellen und/oder die Materialzuführung nach Maßgabe eines gemessenen Füllstandes zu betreiben.

15. Anlage zur Abtrennung eines Lösungsmittels aus einer Lösung, mit mindestens einem Fallfilmverdampfer (13, 14) und/oder einem Dünnschichtverdampfer (15) und mit einem daran angeschlossenen Extruder (30) nach einem der vorherigen Ansprüche.

16. Verfahren zum Abtrennen eines Lösungsmittels aus einer Lösung, bei dem die Lösung in einen Extruder gegeben wird, der mindestens einen Destillationsbereich aufweist, an dem Lösungsmittel aus der Oberfläche der Lösung austritt und abgeleitet wird.

17. Verfahren nach Anspruch 16, bei dem die Lösung durch eine Extruderschnecke nacheinander an mehreren Destillationsbereichen vorbeigeführt wird.

18. Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, bei dem die Lösung vor einem Destillationsbereich geknetet wird.

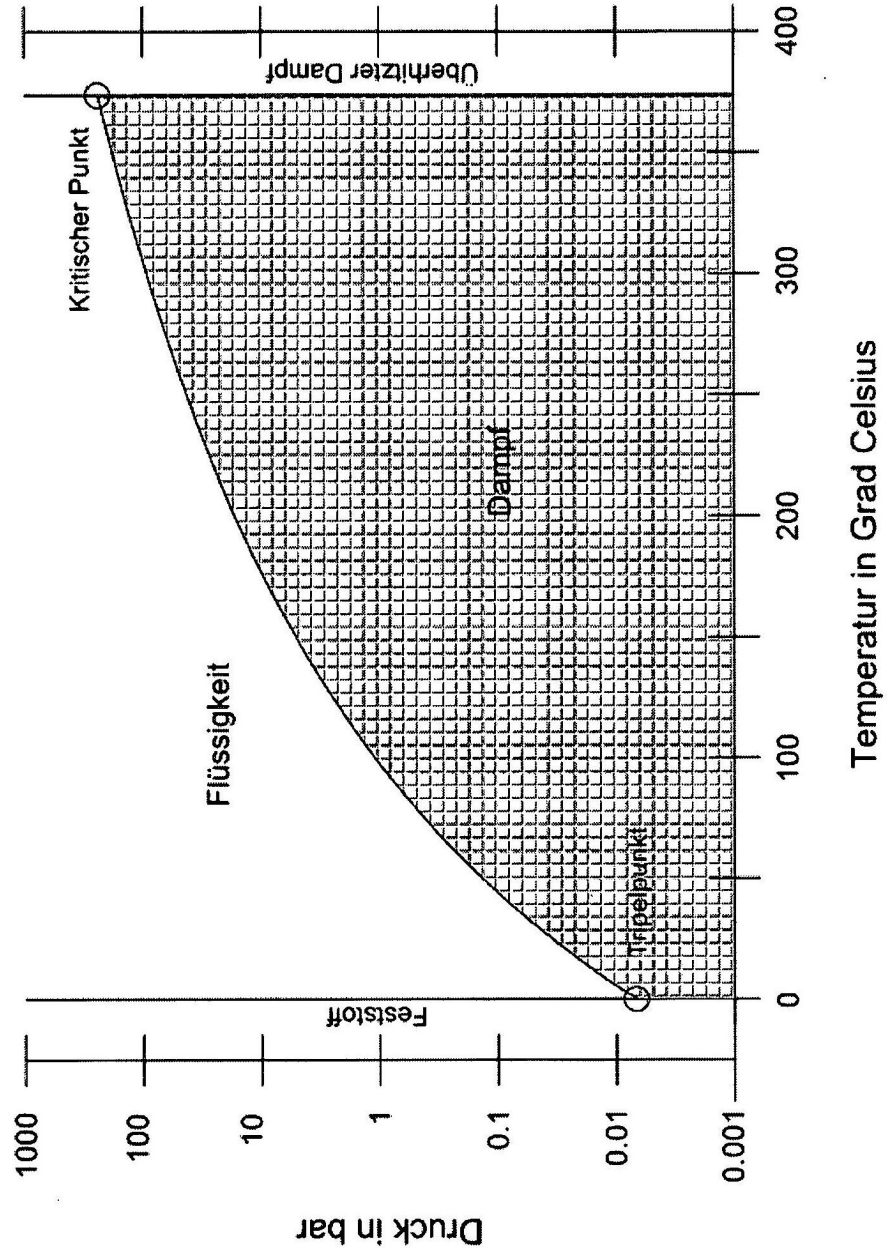
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 18, bei dem vor der Einleitung in den Extruder die Lösung in einem Fallfilmverdampfer und/oder einem Dünnschichtverdampfer aufkonzentriert wird, wobei hier Wasserdampf mit einer Temperatur unter der Siedetemperatur des Lösungsmittels zugeführt werden kann.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

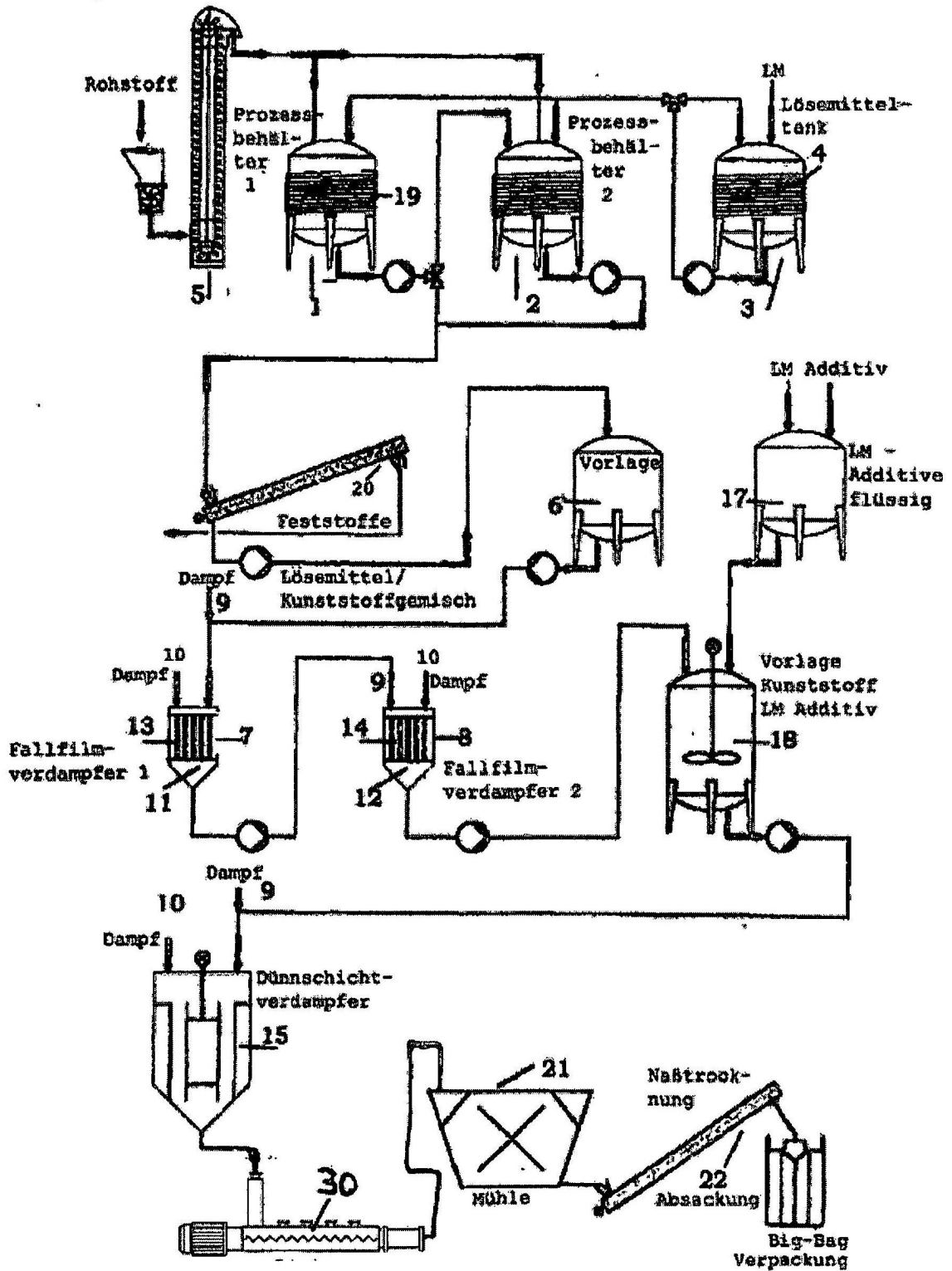
Anhängende Zeichnungen

Figur 1

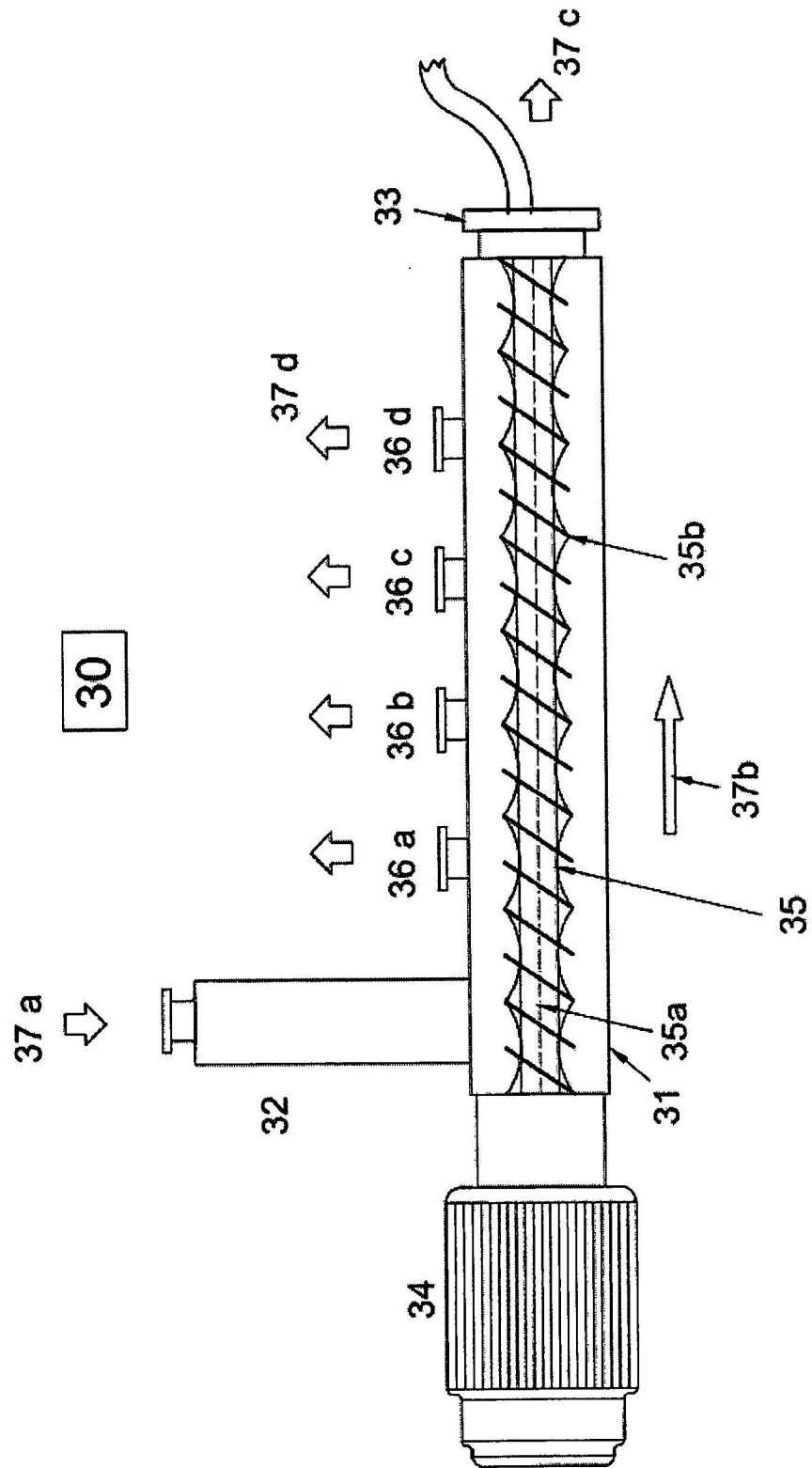
Siedepunktkurve von Wasserdampf
Sattdampfcurve



Figur 2



Figur 3



Figur 4

