



(10) **DE 10 2014 114 831 A1** 2016.04.14

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2014 114 831.2**
(22) Anmeldetag: **13.10.2014**
(43) Offenlegungstag: **14.04.2016**

(51) Int Cl.: **C08J 11/08 (2006.01)**
C08J 3/11 (2006.01)
C08L 23/00 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01)

(71) Anmelder:
Trenntechnik Ulm GmbH, 89079 Ulm, DE

(72) Erfinder:
**Zacherle, Wolfgang c/o Trenntechnik Ulm GmbH,
89079 Ulm, DE**

(74) Vertreter:
**Beetz & Partner mbB Patentanwälte, 80538
München, DE**

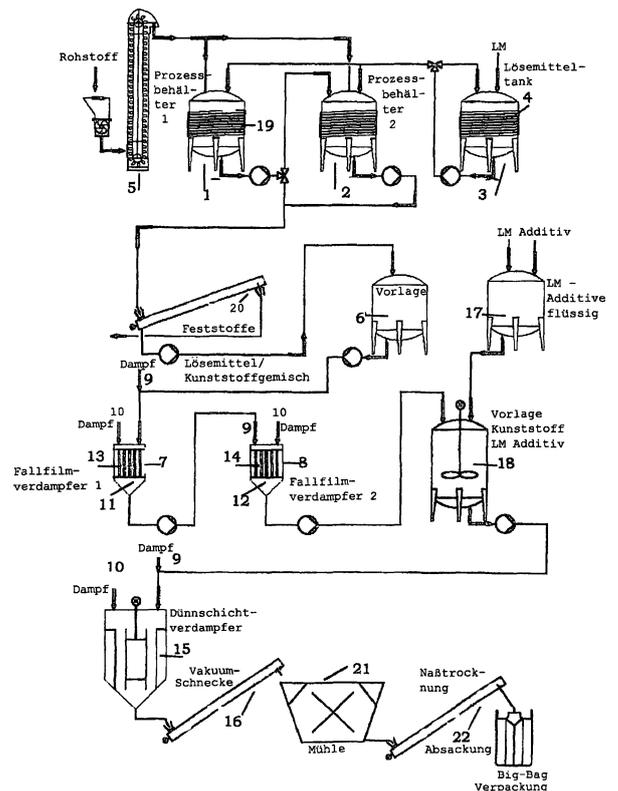
(56) Ermittelter Stand der Technik:
siehe Folgeseiten

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von Zielpolymerprodukten aus kunststoffhaltigen Materialien und nach diesem Verfahren erhältliche körnige oder pulverförmige Zielpolymerprodukte**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines festen Zielpolymerprodukts aus einer Zielpolymerlösung, das mindestens zwei Schritte umfasst: in einem ersten Schritt wird eine Zielpolymerlösung durch Auflösen des Zielpolymeren in einem Lösemittel oder Herauslösen des Zielpolymeren mit einem Lösemittel aus einem Verbundmaterial oder einem Gemisch und Abtrennen der Zielpolymerlösung von den unlöslichen Bestandteilen hergestellt. In einem zweiten Schritt wird die 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 aufkonzentriert, wodurch ein Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben wird, bis das Zielpolymerprodukt die Form eines pulverförmigen oder körnigen Feststoffs aufweist. Die Temperatur der Zielpolymerlösung bleibt beim Austreiben des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs unter der Siedetemperatur der Zielpolymerlösung. Die Erfindung betrifft weiterhin die nach diesem Verfahren erhältlichen Zielpolymerprodukte. Diese Zielpolymerprodukte können insbesondere Additive, wie färbende Rußsorten, elektrische Leitfähigkeit verleihende Rußsorten oder verstärkende Füllstoffe mit besonders großen Faserlängen enthalten.



(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	41 13 336	C1
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	6 031 142	A
CA	617 788	A
JP	2002- 003 639	A

JP 2002003639 A, WPIX-Abstract 2002-287204
[200233] WPIX/STN

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerprodukten aus einem kunststoffhaltigen Material, wie z.B. einem sortenreine Zielpolymer oder einem Verbundmaterial, das das Zielpolymer enthält, und die körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerprodukte, die nach diesem Verfahren 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 Ther-

moplaste 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 Zielpolymerprodukt 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 körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerprodukte nach geltendem Anspruch 1, 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 Zielpolymers 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 Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein in einer Zielpolymerlösung enthaltenes Zielpolymer, insbesondere ein Polyolefin, durch ein neuartiges Verfahren in körnige oder pulverförmige Zielpolymerprodukte mit veränderten Eigenschaften gegenüber dem Polymer als Neuware zu überführen,

- das beim Erhitzen nicht zähflüssig wird, sondern in einen dünnflüssigen Zustand übergeht, in dem es für eine Weiterverarbeitung, wie in einem Extruder oder für andere Anwendungen, vorteilhaft verwendbar ist.

- das über eine besonders hohe Aufnahmefähigkeit für Additive verfügt und somit für die Herstellung von Compounds und Masterbatches mit hohem Gehalt an Additiven, wie Ruß oder verstärkenden Füllstoffen, verwendbar ist, sowohl als Pulver wie als Granulat.

[0015] Gegenstand der vorliegenden 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 Zielpolymers in einem Lösemittel oder Herauslösen des Zielpolymers 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, durch Inkontaktbringen der Zielpolymerlösung mit Wasserdampf mit einer Temperatur von mindestens der Siedetemperatur des Wassers, wodurch ein Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben wird, bis das Zielpolymerprodukt in Form eines pulverförmigen oder körnigen Feststoffs anfällt, wobei die Temperatur der Zielpolymerlösung beim Austreiben des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs unter der Siedetemperatur der Zielpolymerlösung bleibt.

[0016] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind weiterhin die additivhaltigen oder additivfreien Zielpolymerprodukte, die nach dem obigen erfindungsgemäßen Verfahren und seinen bevorzugten Ausführungsformen erhältlich sind.

[0017] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist außerdem ein Zielpolymerprodukt in Form von Masterbatch, das als Trägerstoff für Pigmente dient 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.

[0018] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist außerdem ein Zielpolymerprodukt als Compound, 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.

[0019] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist außerdem ein Verfahren, bei dem ein lösemittelhaltiges Polymer, insbesondere Polyolefin, ganz besonders Polyethylen, mit oder ohne Additivzusatz 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.

[0020] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind weiterhin Polymerprodukte, insbesondere Polyolefine, ganz besonders Polyethylene oder Polypropylene, die 1 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% Lösemittel enthalten.

[0021] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind insbesondere derartige Zielpolymerprodukte, insbesondere Polyolefine, wie Polyethylene und Polypropylene, die Ruß(e) und/oder Talkum und/oder verstärkende Füllstoffe mit besonders langen Fasern über 1 mm enthalten, die 1 bis 7 Gew.-% und vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% Lösemittel enthalten, das die Materialeigenschaften des Gemischs beim Dispergieren und Granulieren verbessert.

[0022] Unter Zielpolymer wird jedes Polymer verstanden, das durch das erfindungsgemäße Verfahren in ein körniges und/oder pulverförmiges festes Zielpolymerprodukt übergeführt werden kann. Im erfindungsgemäßen Verfahren wird in Schritt a) eine Zielpolymerlösung hergestellt. Die Zielpolymerlösung kann durch Auflösen eines sortenreinen Zielpolymers 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.

[0023] Durch das erfindungsgemäße Verfahren können Polymerabfälle 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.

[0024] Das erfindungsgemäße Verfahren kann mit unpolaren oder polaren Zielpolymeren durchgeführt werden. Beispiele für unpolare Zielpolymere 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 Zielpolymere kommen beispielhaft Polyvinylchlorid (PVC), Polyvinylidenchlorid (PVDC), Polystyrole (PS), modifizierte Polystyrole, Styrolcopolymere, 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.

[0025] Das erfindungsgemäße 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.

[0026] 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 Filtermatten, 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.

[0027] 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.

[0028] Die Löslichkeit der Zielpolymere 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.

[0029] 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 Zielpolymers 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.

[0030] Geeignete Lösemittel sind organische aromatische oder nicht-aromatische Lösemittel, wobei nicht-aromatische Lösemittel wegen ihrer geringeren Toxizität bevorzugt sind.

[0031] 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, Methyläthylketon, Tetrahydrofuran und Essigsäuremethylester.

[0032] 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.

[0033] 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 erfindungsgemäß 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 körnigen, pulverförmigen Material führen würde.

[0034] 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 Lösemittels 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 Prozesstemperatur 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 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.

[0035] 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.

[0036] 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.

[0037] 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 min-

destens 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 ausgetrieben wird.

[0038] 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 Dampftemperatur 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.

[0039] 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 Verdampfungsvorrichtung(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.

[0040] Es ist erfindungsgemäß 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 siedeln als Dampfgemisch mit Wasserdampf ausgetrieben und gleichzeitig Wasser in die Lösung eingelagert.

[0041] 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.

[0042] 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 körniges oder pulverförmiges Zielpolymerprodukt mit definierten Lösungsmittelrestgehalt in der gewünschten Verfahrenszeit mit der gewünschten Verdampfungsgeschwindigkeit des Lösemittels erhalten wird.

[0043] 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.

[0044] 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 Zielpolymer 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 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.

[0045] 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.

[0046] 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.

[0047] 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 Wasserdampfes, 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 er-

findungsgemäßen 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 Zielpolymerprodukte 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.

[0048] In Schritt b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Lösemittel nach und nach mit Hilfe des heißen Wasserdampfes als Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben. Aus einer zunächst dünnflüssigen Zielpolymerlösung entsteht eine aufkonzentrierte Zielpolymerlösung, die bei der herrschenden Temperatur immer zähflüssiger wird, ohne jedoch ihre Fließfähigkeit zu verlieren. Schließlich wird die immer viskosere Zielpolymerlösung so weit aufkonzentriert, dass das Zielpolymer bei den hohen Verfahrenstemperaturen in Schritt b) ohne abzukühlen als körniges oder pulverförmiges Zielpolymer anfällt, das Lösemittel und Wasser enthält. Das so erhaltene körnige oder pulverförmige 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 mit ursächlich für die hervorragenden Eigenschaften des entstandenen pulverförmigen oder körnigen Zielpolymerprodukts. Während unter den herrschenden Temperaturbedingungen Polymere beim Aufkonzentrieren üblicherweise als zähe feste Masse anfallen, wird unter der Einwirkung von Wasserdampf ein körniges oder pulverförmige Produkt erzielt.

[0049] Gegenstand der Erfindung sind ferner die Zielpolymerprodukte, die nach dem obigen Verfahren erhältlich sind.

[0050] Die erfindungsgemäßen körnigen oder pulverförmigen 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 wer-

den, 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.

[0051] 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) 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.

[0052] Wenn das Zielpolymerprodukt aus Schritt b) körnig vorliegt, kann es 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.

[0053] 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.

[0054] 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.

[0055] Die in Schritt b) des erfindungsgemäßen Verfahrens entstehenden körnigen oder pulverförmigen Zielpolymerpartikel weisen vermutlich eine offene und poröse Struktur auf und haben eine gegenüber den Partikeln des Standes der Technik erhöhten Schmelzflussindex und vergrößerte Oberfläche. Aus diesen Gründen kann in die in Schritt b) erhaltenen Zielpolymerprodukte eine überraschend große Menge an Additiven eingelagert werden.

[0056] 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.

[0057] 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.

[0058] Nach Schritt b) wird so ein additivhaltiges körniges oder pulverförmiges Zielpolymerprodukt, nach Durchführung von Schritt c) ein getrocknetes additivhaltiges pulverförmiges oder körniges Zielpolymerprodukt erhalten. Der Additivgehalt kann bei mehr als 50 Gew.-% liegen, bezogen auf das Gesamtgewicht aus Zielpolymer, Additiv und Restlösemittel.

[0059] 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.

[0060] 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.

[0061] 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.

[0062] 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.

[0063] 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.

[0064] 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.

[0065] Gegenstand der Erfindung sind somit auch Zielpolymere, wie insbesondere Polyolefine, vorteilhaft Polyethylene und Polypropylene, die Ruß und/oder andere der genannten Füllstoffe in einem Anteil von mehr als 50 Gew.-%, vorteilhaft mehr als 55 Gew.-%, noch besser mehr als 60 Gew.-%, enthalten. Ruß wird bevorzugt in Polyethylen eingebracht, der verstärkende Füllstoff mit besonders langen Fasern wird bevorzugt in Polypropylen eingebracht.

[0066] Das erfindungsgemäße 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.

[0067] Die Anmelder 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.

[0068] Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorzugsweise mit heißem Wasserdampf durchgeführt, bei dem es sich um Nassdampf, Heißdampf oder Sattedampf 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 Wasserdampftemperatur kann die Verdampfungsgeschwindigkeit auch an die Auslegung einer Verdampfungsvorrichtung angepasst werden.

[0069] Gegenstand der Erfindung ist weiterhin eine Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens. Eine Ausführungsform dieser erfindungsgemäßen Anlage ist in **Fig. 2** dargestellt. Die erfindungsgemäße Anlage 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 Zielpolymer 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 Zielpolymer 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 Sumpfabzug **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 anreichtert, 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 Zuleitung **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

- eine oder mehrere beheizbare Trocknungsvorrichtungen **16**, wie eine Vakuumschnecke **16**, in denen das feste körnige oder pulverförmige Ziel-

polymer 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. 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.

[0070] 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.

[0071] Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorzugsweise kontinuierlich durchgeführt.

[0072] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist weiterhin ein Verfahren, das dadurch gekennzeichnet ist, 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.

[0073] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist außerdem ein Verfahren, das dadurch gekennzeichnet ist, dass ein lösemittelhaltiges Polymerprodukt, insbesondere Polyolefin, ganz besonders Polyethylen, mit oder ohne Additivzusatz, so weit getrocknet wird, 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.

[0074] 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.

[0075] Im Folgenden wird ein Ausführungsbeispiel für die industrielle Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens beschreiben.

AUSFÜHRUNGSBEISPIEL

Herstellung eines Master-Batches aus Polyethylen und Ruß

[0076] Das Verfahren umfasst eine erste Stufe, in der pulverförmiges Polyethylenprodukt unter Anwen-

derung des erfindungsgemäßen Verfahrens aus einer Mehrschichtfolie mit einer Polyamidschicht und einer Polyethylenschicht gewonnen wird, und eine zweite Stufe, in der das pulverförmige Polyethylenprodukt mit Ruß versetzt wird.

A) Herstellung von pulverförmigem Polyethylenprodukt mit 3–5% Lösemittelgehalt

[0077] 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.

[0078] 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.

[0079] 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 För-

derschnecke 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.

[0080] 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.

[0081] 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 Zuflussrohr **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.

[0082] 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.

[0083] 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.

B) Herstellung des Carbon-Black-Masterbatches

[0084] 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 Zielpolymers 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.

[0085] Das Masterbatch aus Polyethylen und eingeschlossenem Ruß wird mit einer Zufuhrschnecke **16** in eine Mühle **21** transportiert. In der Mühle **21** wird das Masterbatch zerkleinert und über eine Schnecke **22** ausgetragen. In einer Vakuumschnecke wird das Masterbatch bei 100 °C auf eine Restfeuchte an Lösemittel und ggf. Wasser von 3–5 % getrocknet.

[0086] 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.

[0087] 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.

[0088] 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.

ZITATE ENHALTEN 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]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- „Properties of Polymers“, D. W. van Krevelen, 1990, S. 200–202 [0028]
- „Polymer Handbook“, J. Brandrup und E. H. Immergut, Hrsg. 2. Auflage S. IV-337 bis IV-359 [0028]
- 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 [0028]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines festen Zielpolymerprodukts aus einer Zielpolymerlösung, das folgende Schritte umfasst:

a) Herstellen der Zielpolymerlösung durch Auflösen des Zielpolymeren in einem Lösemittel oder Herauslösen des Zielpolymeren 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, wodurch ein Lösemittel-Wasserdampf-Gemisch ausgetrieben wird, bis das Zielpolymerprodukt die Form eines pulverförmigen oder körnigen Feststoffs aufweist, wobei die Temperatur der Zielpolymerlösung beim Austreiben des Lösemittel-Wasserdampf-Gemischs unter der Siedetemperatur der Zielpolymerlösung bleibt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der in Schritt b) erhaltene pulverförmige oder körnige Feststoff in einem weiteren Schritt c) durch Erhitzen ohne Inkontaktbringen mit Wasserdampf getrocknet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **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.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Schritt b) in einem oder mehreren Fallfilmverdampfern (7, 8) und/oder einem oder mehreren Dünnschichtverdampfern (15) durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, **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.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **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.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass nach Schritt b) und vor Schritt c) und/oder nach Schritt c) ein weiteres Additiv oder Gemisch von Additiven zugegeben wird.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, **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.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass es sich bei dem Additiv um einen Ruß zum Färben der Zielpolymeren oder einen Ruß für elektrisch leitende Zielpolymeren handelt, der in einem Anteil von mehr als 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht an Zielpolymer, Additiv und Lösemittel, zugegeben wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Zielpolymer ein Polyolefin ist.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Lösemittel unter Fettsäureestern, Erdölfraktionen, Benzinfraktionen, Dieselkraftstoffen, aliphatischen Kohlenwasserstoffen, alicyclischen Kohlenwasserstoffen, aromatischen Kohlenwasserstoffen einzeln oder im Gemisch ausgewählt wird.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Lösemittel eine Siedetemperatur oberhalb von 100 °C, vorzugsweise oberhalb von 110 °C aufweist.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **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, Dieselkraftstoff mit einem Siede-

bereich 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.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Wasserdampf eine Temperatur im Bereich von 110 bis 250 °C aufweist.

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

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

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 16, **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.

18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das als Ausgangsmaterial verwendete sortenreine Zielpolymer, Verbundmaterial oder Gemisch vor dem Auflösen in Schritt a) in ein Granulat übergeführt wird.

19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **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.

20. Additivfreies oder additivhaltiges Zielpolymerprodukt, erhältlich nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19.

21. 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.-%.

22. 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.

23. Zielpolymerprodukt als Masterbatch, das ein Polymer und Farbpigmente umfasst und eine körnige oder pulverförmige Struktur aufweist.

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

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

26. 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.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

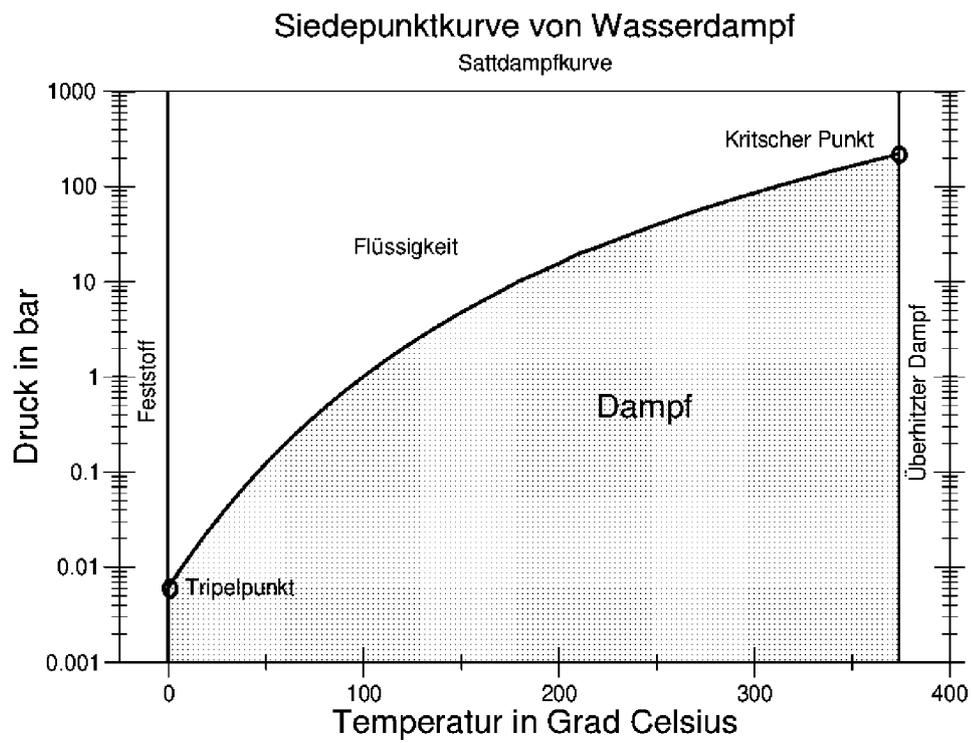


Fig.2

