

Phasengleichgewichtsuntersuchungen am System

Monomer/Polymer/überkritisches Kohlendioxid

Nachdem es gelungen ist, gezielt Polymere mit definierten Eigenschaften (enge Molekulargewichtsverteilung, definierte Partikelgröße) herzustellen, fokussiert sich die Forschung auf die Modellierung der Polymerisation in überkritischem Kohlendioxid. Zur Modellierung ist neben der Kinetik der Reaktion die Kenntnis des Phasenverhaltens notwendig. Die thermodynamischen Untersuchungen sollen klären, wie viele Phasen bei der Reaktion auftreten können und wie sich die Komponenten in den koexistierenden Phasen verteilen.

Ziel:

In der Arbeit soll das Phasengleichgewicht der Systeme Styrol / Polystyrol und Methylmetacrylat / PMMA in überkritischem Kohlendioxid für verschiedene Temperaturen, Drücke und Polymermolmassen gemessen werden. Hierfür stehen zwei Messapparaturen zur Verfügung.

In einer Hochdrucksichtzelle mit variablem Innenvolumen ist es möglich, durch Trübungsmessungen das Flüssig-Dampf- und Flüssig-Flüssig-Verhalten zu bestimmen. Mit dieser Apparatur gelingt es allerdings nicht ohne weiteres, die Zusammensetzung der auftretenden Phasen zu bestimmen, da die polymerreiche Phase in der Regel hochviskos ist, was eine Probenahme schwierig gestaltet.

Die zweite Apparatur besteht aus einem Büchi Hochdruckautoklav, in dessen Boden eine Hochdruck-ATR-IR Sonde eingelassen ist. Mit Hilfe des FTIR-Spektrometers ist es, nach vorangegangener Kalibrierung, möglich die Zusammensetzung der polymerreichen Phase online und in-situ zu messen. Von der leichten Phase, die hauptsächlich aus Monomer und Kohlendioxid besteht, wird eine Probe entnommen und analysiert.

Aus den Ergebnissen der beiden Messungen erhält man den Verlauf der Binodalen und der Konoden. Diese experimentellen Daten sowie Literaturdaten bilden die Grundlage für die Modellierung der Systeme mit der PC-SAFT Zustandsgleichung [3].

*(Als **Binodale** wird diejenige Kurve in einem Zustandsdiagramm bezeichnet, ab welcher ein Phasenübergang erfolgen kann und thermodynamisch günstiger ist. Die **Konoden** verbinden zwei auf der Binodalkurve liegende Punkte. **PC-SAFT-Zustandsgleichung**: Diese Zustandsgleichung ist in der Lage, thermophysikalische Eigenschaften und Phasengleichgewichte von Mischungen aus Komponenten verschiedener Molmasse (von Gasen bis hin zu Polymeren) wiederzugeben.)*

TECHNISCHE AUSSTATTUNG

Anlagenbild: 1. Hochdruckautoklav mit ATR-IR-Sonde und FTIR-Spektrometer

1. Hochdruckautoklav (Limbo, Büchi) mit integrierter ATR-IR-Sonde (Sentinel DiComp, Mettler Toledo) und Mettler Toledo ReactIR 4000 FTIR-Spektrometer Arbeitsbereich: $p_{\max} = 310$ bar, $T_{\max} = 200^{\circ}\text{C}$
2. Hochdrucksichtzelle mit variablem Innenvolumen (NWA analytische Messgeräte GmbH) Arbeitsbereich: $p_{\max} = 700$ bar, $T_{\max} = 180^{\circ}\text{C}$
3. ISCO 260D CO₂ Dosierpumpe ($p_{\max} = 512$ bar, $V_{\max} = 260$ ml)
4. Perkin Elmer Series 200 HPLC mit RI-Detektor und Phenomenex GPC Säulen zur Charakterisierung der Polymere



Ansprechpartner: Dipl.-Ing. Michael Görnert

*Lehrstuhl für Thermodynamik
Fachbereich Bio- und Chemieingenieurwesen
Universität Dortmund
Emil-Figge-Str. 70
44227 Dortmund*

Email: m.goernert@bci.uni-dortmund.de