



Emulsionspolymerisationen unter Hochdruckbedingungen

Dr. Kristina Zentel; Technische Universität Darmstadt

Ernst-Berl-Institut für Technische und Makromolekulare Chemie; Technische Chemie III

Unter Polymer-Dispersionen versteht man Polymerpartikel, die fein in einer kontinuierlichen Phase - typischerweise Wasser - verteilt sind. Diese Produkte weisen einen sehr großen Anwendungsbereich auf und finden sich beispielsweise als Latexfarbe oder Klebstoff, bei der Papierbeschichtung oder Verkapselung anorganischer Partikel sowie für biomedizinische oder pharmazeutische Zwecke. Häufig werden sie mittels Emulsionspolymerisation in Batch oder Semi-Batch-Betrieb hergestellt. Dazu wird üblicherweise Wasser, Emulgator und Monomer vorgelegt, emulgiert und Initiatorlösung und ggf. weiteres Monomer zudosiert.

Die Eigenschaften von polymeren Materialien im Allgemeinen – und Polymerdispersionen im Besonderen – hängen entscheidend von den Reaktionsbedingungen, wie Temperatur, Druck und Konzentrationen ab. Somit ist ein Verständnis davon, wie unterschiedliche Prozessbedingungen das Produkt beeinflussen essentiell. Mit diesem Wissen lassen sich Prozess-Produkt-Eigenschaften ableiten und der Prozess somit nachhaltig optimieren. Dazu werden Emulsionspolymerisationen unter wohl definierten, reproduzierbaren Bedingungen im Labormaßstab durchgeführt.

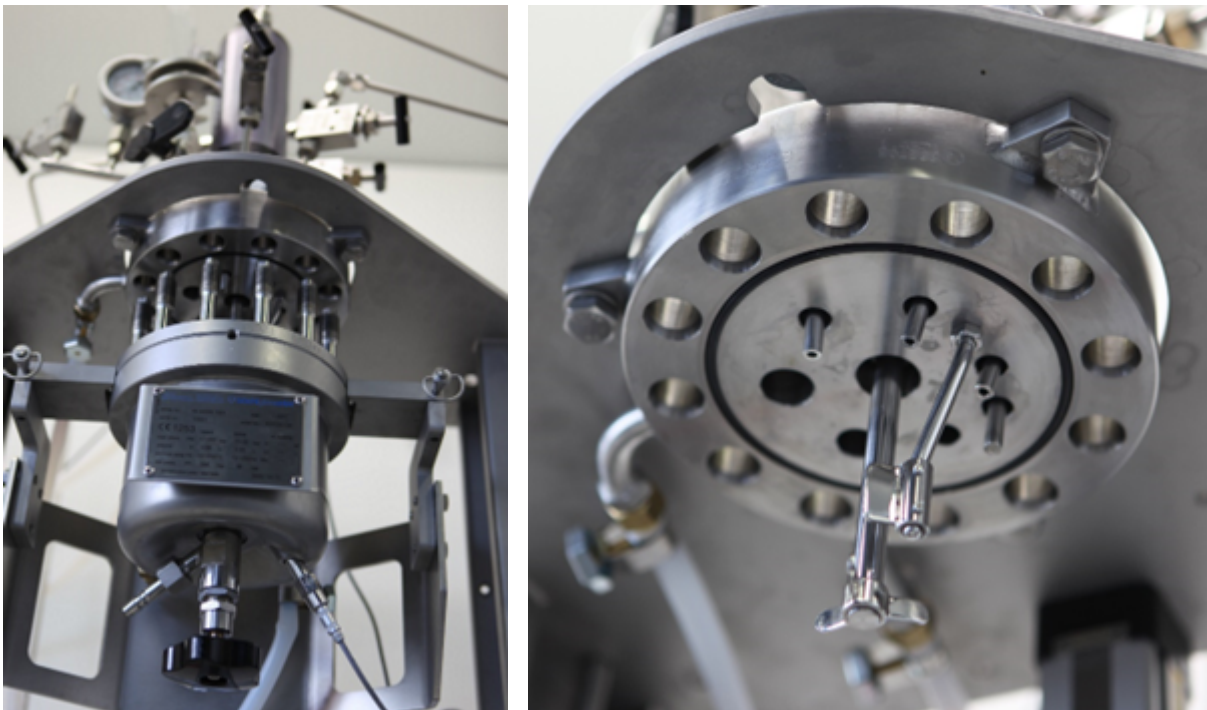


Abb. 1: : (links) Versoclave Laborreaktor Typ 3 von Büchi zur Durchführung von Emulsionspolymerisationen im Batch- und Semibatch-Betrieb; (rechts) gut zu erkennen sind die Einbauten sowie Mehrfachdurchführungen in die Deckelplatte des Versoclave Reaktors, welche einen sehr variablen Feed ermöglichen.

Für die Synthesen wird ein individuell ausgelegter Labor-Rührautoklav von Büchi eingesetzt, der auf der Versoclave-Reihe basiert (siehe Abb. 1 (links)). Er hat ein Innenvolumen von 0.5 L und ist für Temperaturen bis 250 °C und einen Druck bis 350 bar ausgelegt. Der Reaktor verfügt über einen Strömungsbrecher und wird über den stufenlos verstellbaren Magnetrührantrieb cyclone 075 dc mit Drehmoment- und Drehzahlmessung gerührt (siehe Abb. 1 (rechts)).

Die Drehmomentmessung macht Viskositätsanstiege sichtbar und ermöglicht zudem die frühzeitige Erkennung von Wartungsbedarf am Gleitlager. Die Temperierung erfolgt über ein externes, geregeltes Thermostat, welches nicht nur den Mantel, sondern zudem auch die Deckelplatte beheizt. Dies hat den signifikanten Vorteil, dass der Temperaturgradient zwischen Gas- und Flüssigphase minimal gehalten werden kann. Das wird zudem während der gesamten Reaktion durch zwei unabhängige Temperatursensoren überwacht. Ein Sensor ist über den Deckel eingebracht und misst die Temperatur der Gasphase. Der zweite Sensor ist über den Boden eingebracht und misst die Flüssigkeitstemperatur. Der Autoklav ist weiterhin mit drei Feedströmen für die Dosierung von Flüssigkeiten und Gasen versehen. Somit ist eine sehr variable Prozessführung möglich. Die Dosierung der Flüssigkeiten, typischerweise Monomer- und Initiatorlösung, erfolgt mittels Hochdruckdosierpumpen (Carino 09, Fink Chem + Tec GmbH). Der Druck wird extern bereitgestellt und über einen Druckminderer eingestellt.

Somit ermöglicht das Set-Up die Durchführung von Emulsionspolymerisationen im Batch sowie Semi-Batch Betrieb mit variabler Dosierstrategie in einem weiten Temperatur- und Druckbereich.

Ansprechpartner:

Frau Dr. Kristina Zentel
kristina.zentel@pre.tu-darmstadt.de



**C3 PROZESS- UND
ANALYSENTECHNIK**

www.c3-analysentechnik.de | info@c3-analysentechnik.de