

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Entwicklung	1
1.2	Zielsetzung	5
2	RAFT-Reagenzien in der Hochdruck-Polyethylensynthese	7
2.1	Grundlagen	7
2.1.1	Kontrollierte radikalische Polymerisation	7
2.1.2	RAFT-Polymerisation	7
2.2	Initiatorscreening	9
2.2.1	CCDFB	9
2.2.2	AIBN	10
2.3	Experimente mit Isopropylfluorodithioformiat (IFDF)	12
2.4	Experimente mit Ethylfluorodithioformiat (EFDF)	16
2.4.1	Stoffmengenverhältnis EFDF zu AIBN von 3 zu 1	16
2.4.2	Stoffmengenverhältnis EFDF zu AIBN von 5 zu 1	19
2.5	Vergleich von IFDF und EFDF	22
2.6	Vergleich der EFDF-Experimente mit unterschiedlichen Stoffmengenverhältnissen von RAFT-Reagenz zu Initiator	23
2.7	Zusammenfassung	25
3	Hocheffektive Telomere in der LDPE-Synthese	26
3.1	Grundlagen	26
3.2	Versuchsdurchführung	26
3.3	Propionaldehyd als Transferreagenz Teil A	27
3.3.1	Blind-Experimente	28
3.3.2	Maximale Anzahl an Experimenten in einer Serie	32
3.3.3	Weitere Experimente mit Propionaldehyd als Kettentransferreagenz	34
3.4	<i>n</i> -Dodecylmercaptan als Transferreagenz	38
3.5	<i>tert</i> -Dodecylmercaptan als Transferreagenz Teil A	40
3.6	Propionaldehyd als Transferreagenz Teil B	43
3.7	<i>tert</i> -Dodecylmercaptan als Transferreagenz Teil B	45
3.8	Simulationen Teil A	48
3.8.1	PREDICI®	48
3.8.2	Simulationsmodell	50
3.9	Simulationen Teil B	53
3.9.1	Beschreibung des Temperaturverlaufs	53
3.9.2	Simulation der Experimente mit Propionaldehyd als Transferreagenz	54
3.9.3	Simulation der Experimente mit <i>tert</i> -Dodecylmercaptan als Transferreagenz	64
3.10	Zusammenfassung	69
4	Aufpfropfen von LDPE auf HDPE	70
4.1	Grundlagen	70
4.1.1	Aktivierung des Katalysators	70
4.1.2	Reaktionsmechanismus	71

4.2	Aufpfropfen von LDPE auf HDPE-Polymerpellets	72
4.2.1	Screening der Initiatorkonzentration	72
4.2.2	Blind-Experimente	73
4.2.3	Aufpfropfexperimente auf HDPE-Pellets	74
4.2.4	Analytik	77
4.3	Experimente zur Synthese von HDPE in einem kontinuierlich betriebenen Rührkessel unter Hochdruckbedingungen	85
4.3.1	Versuchsdurchführung	86
4.3.2	Blind-Experimente	86
4.3.3	Experimente	87
4.3.4	Analytik	91
4.4	Batch Experimente zur Synthese von HDPE unter Hochdruckbedingungen	96
4.4.1	Versuchsdurchführung	96
4.4.2	Experimente	97
4.4.3	Analytik	101
4.5	Aufpfropfen von LDPE auf HDPE	105
4.5.1	Screening der Initiatorkonzentration	106
4.5.2	Aufpfropfen von LDPE auf synthetisiertes HDPE	108
4.6	Zusammenfassung	115
5	Ausblick	116
5.1	RAFT-Reagenzien in der Hochdruck-Polyethylensynthese	116
5.2	Hocheffektive Telomere in der LDPE-Synthese	116
5.3	Aufpfropfen von LDPE auf HDPE	117
6	Anhang	121
6.1	Technische Zeichnung des Reaktors	122
6.2	Fehlerbewertung	123
6.3	Versuchsdurchführungen	125
6.3.1	RAFT-Experimente	126
6.3.2	Mehrfachinjektionsexperimente	130
6.3.3	Aufpfropfexperimente auf HDPE-Pellets	135
6.3.4	Kontinuierliche Post-Metallocen-Experimente	140
6.3.5	Diskontinuierliche Post-Metallocen-Experimente	143
6.4	Diskontinuierliche Pfpfexperimente	148
6.5	Vergleich der simulierten Molmassenverteilungen mit experimentellen Daten	150
6.6	DSC- und GPC-Diagramme der Experimente zur HDPE-Synthese im kontinuierlichen Betrieb	153
6.7	DSC- und GPC-Diagramme der Experimente zur HDPE-Synthese im Batchbetrieb	157
6.8	DSC- und GPC-Diagramme der Pfpfexperimente im Batchbetrieb	162