

INHALTSVERZEICHNIS

1	ZUSAMMENFASSUNG.....	1
2	SUMMARY	4
3	EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG	7
4	GRUNDLAGEN UND STAND DER TECHNIK	9
4.1	Emulsionspolymerisation	9
4.1.1	Partikelnukleierung in der Emulsionspolymerisation	9
4.1.2	Saat-Emulsionspolymerisation.....	11
4.1.3	Methoden zur Darstellung einer feinteiligen Latexdispersion.....	13
4.1.4	Emulsionscopolymerisation von Styrol und Acrylsäure	13
4.2	Kontinuierliche Emulsionspolymerisation	19
4.2.1	Warum kontinuierliche Emulsionspolymerisation?	19
4.2.2	Reaktorkonzepte für die kontinuierliche Emulsionspolymerisation	20
4.2.3	Dosierstrategien bei der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation.....	21
4.3	Der <i>Taylor-Couette</i> -Reaktor.....	23
4.4	Kontinuierliche Emulsionspolymerisation im <i>Taylor-Couette</i> -Reaktor	26
5	EXPERIMENTELLER TEIL	29
5.1	Arbeitsvorschrift zur Durchführung von Screening-Experimenten zur kontinuierlichen Emulsionspolymerisation	29
5.1.1	Darstellung einer feinteiligen Dispersion im Batch-Betrieb.....	29
5.1.2	Dosierung von Präemulsionen im Batch-Betrieb.....	29
5.2	Kontinuierliche Emulsionspolymerisation – Anlagenkonzept und Prozessführung.....	30
5.2.1	Auslegung und Aufbau des <i>Taylor-Couette</i> -Reaktors	30
5.2.2	Anlagenkonzepte zur kontinuierlichen Emulsionspolymerisation.....	31
5.2.3	Kontinuierliche Erzeugung der Emulsionen.....	36
5.2.4	Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Versuchsdurchführung im kontinuierlichen Betrieb	37

5.2.5	Untersuchung zur Darstellung einer feinteiligen Dispersion im kontinuierlichen Prozess	38
5.3	Analytische Methoden – Probenahme, Probenvorbereitung und Kalibrierung der Methoden	41
5.3.1	Umsatzbestimmung mittels HPLC.....	41
5.3.2	Umsatzbestimmung mittels Gaschromatographie.....	43
5.3.3	Feststoffbestimmung	45
5.3.4	Bestimmung der Partikelgrößenverteilung	45
5.3.5	Bestimmung der Säureverteilung carboxylierter Latices	46
5.3.6	Bestimmung der Molmassenverteilung	46
6	ERGEBNISSE UND DISKUSSION	48
6.1	Screening-Experimente zur Nachstellung der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation von Styrol/Acrylsäure im <i>Taylor</i> -Reaktor.....	48
6.1.1	Darstellung einer feinteiligen Dispersion im Batchbetrieb.....	50
6.1.2	Erarbeitung einer Dosierstrategie.....	55
6.2	Kontinuierliche Emulsionspolymerisation von Styrol/Acrylsäure	58
6.2.1	Einfluss der Rezepturbestandteile auf die Eigenschaft der Dispersion	59
6.2.2	Einfluss der Mischkammergröße auf den Reaktionsverlauf.....	65
6.2.3	Untersuchung von Verfahrensparametern und deren Einfluss auf den Prozess	68
6.2.4	Abhängigkeit des Acrylsäureumsatzes von der Verfahrensführung	77
6.2.5	Vergleich zwischen der kontinuierlichen und der Batch-Fahrweise.....	79
6.2.6	Verteilung der Säuregruppen innerhalb des Polymerlatex in Abhängigkeit der Verfahrensführung.....	81
6.3	Übertragung eines halbkontinuierlichen Prozesses in den kontinuierlichen Betrieb für das Monomersystem Styrol/Acrylsäure.....	85
6.3.1	Darstellung einer feinteiligen Dispersion im kontinuierlichen Prozess	85
6.3.2	Mischbarkeit des Monomers im <i>Taylor</i> -Reaktor	90
6.3.3	Einfluss der Dosierstrategie auf die Produkteigenschaften	98
6.3.4	Einfluss des Feststoffanteils auf die Mischbarkeit der Präemulsion.....	106

6.3.5	Belagbildung bei der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation in Abhängigkeit der Verfahrensweise und des Feststoffanteils.....	108
6.4	Robustheit des Verfahrens gegenüber Rezepturveränderungen	115
6.4.1	Übertragung der Dosierstrategie auf das Stoffsystem BA/MMA/MAS.....	115
6.4.2	Einfluss des Emulgatoranteils bei der kontinuierlichen Emulsionspolymerisation von BA/MMA/MAS	118
6.4.3	Überprüfung der Langzeitstabilität des Verfahrens	122
6.5	<i>Scale-up</i> des <i>Taylor</i> -Reaktors für die Emulsionspolymerisation	130
6.5.1	Allgemeine Betrachtung der Maßstabsübertragung	130
6.5.2	Betrachtung des Wärmetransports bei der Maßstabsübertragung.....	133
7	AUSBLICK	141
8	LITERATUR.....	143
9	ANHANG	149
9.1	Rezepturen Styrol/Acrylsäure und Styrol/Methacrylsäure.....	149
9.2	Rezepturen BA/MMA/MAS.....	153
9.3	Eingesetzte Chemikalien	155
9.4	Geräteliste und Spezifikationen der analytischen Methoden	156
9.4.1	HPLC	156
9.4.2	Gaschromatographie.....	158
9.4.3	Gelpermeationschromatographie	159
9.4.4	Gravimetrie	160
9.4.5	Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung	160
9.4.6	Sauerstoffmessung.....	161
9.5	Verwendete Software	161