

## INHALTSVERZEICHNIS

<b>1</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>SUMMARY.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG .....</b>	<b>7</b>
<b>4</b>	<b>GRUNDLAGEN UND STAND DER TECHNIK .....</b>	<b>9</b>
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
<b>5</b>	<b>EXPERIMENTELLER TEIL .....</b>	<b>29</b>
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	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>	<b>48</b>
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 Abhangigkeit der Verfahrensweise und des Feststoffanteils.....	108
6.4	Robustheit des Verfahrens gegenuber Rezepturveranderungen .....	115
6.4.1	Ubertragung 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	Uberprufung der Langzeitstabilitat des Verfahrens .....	122
6.5	Scale-up des <i>Taylor</i> -Reaktors fur die Emulsionspolymerisation .....	130
6.5.1	Allgemeine Betrachtung der Mastabsubertragung.....	130
6.5.2	Betrachtung des Warmetransports bei der Mastabsubertragung.....	133
7	<b>AUSBLICK .....</b>	<b>141</b>
8	<b>LITERATUR.....</b>	<b>143</b>
9	<b>ANHANG .....</b>	<b>149</b>
9.1	Rezepturen Styrol/Acrylsure und Styrol/Methacrylsure.....	149
9.2	Rezepturen BA/MMA/MAS.....	153
9.3	Eingesetzte Chemikalien .....	155
9.4	Geratelisten 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	Partikelgroe und Partikelgroenverteilung .....	160
9.4.6	Sauerstoffmessung.....	161
9.5	Verwendete Software .....	161