

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningskrift nr. 115762

Int. Cl. C 08 f 3/24

Kl. 39 c-25/01

Patentsøknad nr. 147 958 Inngitt 20. mars 1963

Søknaden alment tilgjengelig fra 1. juli 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 25. nov. 1968

Prioritet begjært fra: 20/3-, 20/9-62 og 13/3-63, Italia
nr. 5457/62, 18 516/62 og 5206/63

Societa Edison S.p.A., Via Gattamelata 34, Milano, Italia.

Oppfinnere: Mario Ragazzini,
Donato Carcano,
Carmine Garbuglio og
Andrea Doria.

Fullmektig: Dr. ing. K. O. Berg.

Frengangsmåte for polymerisering av tetrafluoretylen.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for polymerisering av tetrafluoretylen.

Det er kjent forskjellige fremgangsmåter for polymerisering av tetrafluoretylen.

Det katalytiske system, som hittil har vært anvendt for polymerisering av tetrafluoretylen, er enten basert på peroksyder eller Redox-systemer, eller Redox-systemer i nærvær av elektronoverføringsmidler som aktivator. Forsåvidt angår peroksyder kan det anvendes oppløselige peroksyder. Med vannoppløselige peroksyder kan polymeriseringen bare forløpe med riktig god hastighet, når temperaturen er over 50° C, hvorved fås polymerisater som ikke oppviser tilfredsstillende mekaniske egenskaper på grunn av kjedeoverføringsreaksjoner, som som kjent er fremherskende ved radikal polymerisering ved forhøyede temperaturer.

Ved anvendelse av i vann uoppløselige per-

oksyder oppviser de dannede polymerisater lav molekylvekt og fås med meget lave utbytter, slik at den angitte metode er uegnet. Med de særlig anvendte Redox-systemer vil temperaturområdet, i hvilket polymeriseringen kan utføres, reduseres til romtemperatur. På denne måte kan oppnås polymerisater med gode egenskaper, forutsatt at det anvendes tilstrekkelig omhu med dosering og blanding av katalysatoren. Polymerisatet blir dog vanligvis forurenset i nærvær av særlige reduksjonsmidler, slik som hydrogensulfiter, oksalater og sitrater, som anvendes i Redox-systemet. Prosessen blir ytterligere komplisert når det anvendes et tredje stoff, f. eks. et elektronoverføringsmiddel.

Foreliggende oppfinnelse har til formål å tilveiebringe en fremgangsmåte for polymerisering av tetrafluoretylen, hvorved polymeriseringen kan utføres i et stort temperaturområde, og som fører til dannelsen av høymolekylære poly-

merisater med særlig stor renhet og utmerket mekaniske egenskaper samt til godt utbytte.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er særegen ved at polymeriseringen utføres ved den i krav 1 angitte fremgangsmåte.

Ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen utføres polymeriseringen i et vandig medium som inneholder en puffer, slik som boraks eller pyrofosfat oppløst i en slik konsentrasjon hvor oppløsningens pH-verdi ligger mellom 7 og 11, idet flytende eller gassformet monomerforbindelse tilsettes i et forhold mellom vann og monomer på mellom 0,5 : 1 og 20 : 1.

De foretrukne peroksyder som anvendes ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er ammoniumpersulfat og persulfater av alkalimetaller. De anvendes i mengder mellom 0,5 og 0,05 g pr. liter vann.

De ved polymeriseringen anvendte temperaturer og trykk avhenger av de ønskede egenskaper for polymerisatet. Temperaturen kan ligge over eller under den kritiske temperatur for tetrafluoretylen. Det anvendes en temperatur mellom 0° C og 50° C. Når polymeriseringen utføres ved lavere temperatur enn den kritiske for tetrafluoretylen og ved et trykk hvor tetrafluoretylen er i flytende tilstand, fås et høymolekylært polymerisat, som har gode mekaniske egenskaper.

Polymeriseringen av tetrafluoretylen i flytende tilstand utføres under et trykk på mellom 18 og 300 atm., eventuelt under en atmosfære av en inert gass.

Polymeriseringen utføres imidlertid fortrinnsvis ved temperaturer og trykk, hvor den monomere forbindelse er gassformet. På denne måte er det mulig å arbeide ved meget lavt trykk, hvorved det er mulig å oppnå en lett regulering av reaksjonen og å anvende et enkelt apparatur, slik at reaksjonen kan forløpe sikkert, likesom det er mulig å arbeide med stort overskudd av vann, som virker som termisk stabilisator. Det er likeledes mulig å regulere tilførselsmengden av monomerforbindelse meget nøyaktig. På denne måte fås et polymerisat med gode fysiske, kjemiske og mekaniske egenskaper, og som opptrer i fint dispergert form med ensartet partikkelstørrelse uten innhold av agglomerater.

Den foretrukne temperatur ligger mellom romtemperatur og 50° C, mens det foretrukne trykk avhenger av temperaturen. Ved temperaturer over tetrafluoretylenets kritiske (33,3° C) kan der anvendes et vilkårlig trykk, da tetrafluoretylenet ved slike temperaturer alltid er i gassformet tilstand. Det foretrekkes imidlertid å arbeide ved trykk mellom 4 og 40 atm.

Ved temperaturer under tetrafluoretylenets kritiske kan anvendes et vilkårlig trykk under det kritiske damptrykk, men det foretrekkes å arbeide under trykk mellom 4 og 20 atm. For å redusere induksjonsperioden og oppnå en hurtig aktivering av katalysatoren, startes reaksjonen hensiktsmessig under et trykk litt over det for polymeriseringen foreskrevne trykk.

Når man arbeider ved 20° C under et tetrafluoretylentrykk på 10 atm. og med et forhold mellom vann og tetrafluoretylen på 5, fås poly-

mere partikler, som har en finhet svarende til 18 mesh (ASTM).

Tilstedeværelse i det vandige medium av en puffer, som opprettholder pH-verdien mellom 7 og 11, tillater anvendelsen av standardautoklaver (rustfritt stål, emaljert eller glassovertrukket stål), særlig da eventuelle syrer, som kan dannes under polymeriseringen av tetrafluoretylen, nøytraliseres. Ytterligere forhindres det dannede polymerisat i å reagere kraftig surt eller å bli forurenset av metallsalter, som kunne oppstå ved reaksjon med autoklaven, hvilket ville medføre besværlige rensningsoperasjoner. Alle kjedeoverføringsreaksjoner som skyldes tilstedeværelsen av syre (HF) eller fluorholdige organiske syrer, unngås, og dessuten oppnås en bedre kontroll med polymeriseringshastigheten, da det ikke er noen forandring av pH-verdien under reaksjonen. Som puffermidler i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen anvendes slike alkalimetallsalter av svake uorganiske syrer, særlig tetraborater og pyrofosfater, som tillater en bedre kontroll med reaksjonen, mens det oppnås et særlig rent polymerisat med en høy grad hvithet og praktisk talt intet askeinnhold.

Omhandlede fremgangsmåte kan utføres enten porsjonsvis eller kontinuerlig. Innføringen av katalysatoren i reaksjonsbeholderen kan utføres enten kontinuerlig eller porsjonsvis til oppnåelse av delvis kontroll med polymeriserings-temperaturen under dannelsen av den monomere forbindelse. Innføringen utføres vanligvis ved hjelp av to målepumper. Den ene for peroksyder og den annen for sølvsaltet, idet dannelsen av det katalytiske system foregår i reaksjonsbeholderen.

Innføringen av de to komponenter av katalysatoren kan imidlertid utføres i vilkårlig rekkefølge, uten at det går ut over polymerisatets egenskaper eller utbyttet. Omdannelsen av den monomere forbindelse kan være fullstendig eller partiell, idet omdannelsesgraden avhenger av autoklavtypen, omrøringsmåten og størrelsen av de dannede aggregater av polymer. Innføringen av monomerforbindelse kan enten skje på én gang eller litt etter litt under reaksjonen avhengig av det anvendte omrøringsystem.

Mengden av katalysator er meget liten, idet det oppnås utbytte av polymerisatet pr. g katalysator av en størrelsesorden på 10 kg pr. g katalysator, hvilket resulterer i et meget lite askeinnhold i polymerisatet.

Sølvsalt anvendes i en så lav konsentrasjon (noen få snes pr. million beregnet i forhold til det vandige reaksjonsmedium), at det er meget vanskelig å avgjøre om forbindelsen innføres med høy valens, dvs. Ag⁺⁺, og således deltar i Redox-systemet, eller bare virker som aktivator ved dekomponeringen av peroksydet til frie radikaler.

Ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan polymeriseringen utføres i pufret vandig suspensjon eller i emulsjon i nærvær av emulgeringsmidler, som er forenlige med den fluorerte monomerforbindelse. Slike emulgeringsmidler innføres i autoklaven i meget små mengder, og det fås polymerer med høy tilsynelatende vektfylde, selv om der arbeides ved lavt trykk.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen skal i det følgende illustreres nærmere ved hjelp av noen utførelseseksempler.

Eksempel 1:

I en rustfri stålautoklav på 5,1, og som er utstyrt med en propellomrører og kjølekappe, innføres etter fjernelse av luft ved utsugning og

skylning med nitrogen 1500 g destillert og utluftet vann, som inneholder 2 g borax og 1500 g tetrafluorethylen, i den angitte rekkefølge.

Temperaturen holdes ved ca. 5° C, og deretter innføres 250 ml vandig oppløsning inneholdende 0,45 g ammoniumpersulfat og 250 ml vandig oppløsning inneholdende 0,027 g sølvnitrat samtidig i autoklaven gjennom to forskjellige ventiler.

Derved oppnås følgende innhold:

$$\frac{\text{mol } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{mol Ag NO}_3} = 12.4; \quad \frac{\text{g } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 3.10^{-4}; \quad \frac{\text{g H}_2\text{O}}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 1.33$$

På denne måte dannes katalysatoren i nærvær av den monomere forbindelse som skal polymeriseres. Omrøringen av autoklaven settes i gang, temperaturen holdes ved 5° C, idet der sirkuleres kaldt vann i kappen. Etter 6 timer tas ut 1400 g hvitt polymerisat, som etter vask og tørring oppviser en tilsynelatende vektfylde på ca. 0,3 g/ml. Ved samme temperatur, men ved å innføre tetrafluorethylenet gradvis i et lengre tidsrom, idet trykket holdes ved ca. 6 atm., hvorved man unngår at den monomere forbindelse blir flytende, vil polymeriseringen kunne kontrolleres lettere, og polymerisatet vil være tilstrekkelig findelt og lett å ta ut og vaske. Den tilsynelatende vektfylde av polymerisatet blir 0,40 g/ml. Ytterligere vil polymerisatet være frittstrømmende og vil i motsetning til et polymerisat dannet ved polymerisering av en væske ikke oppvise noen tilbøyelighet til sammenklumping.

Etter reaksjonen oppviser disse polymerisater en trekkstyrke på 200 kg/cm², og bruddforlengelsen er 400 %. Bestemmelsen av disse verdier utføres ifølge ASTM-standard.

Eksempel 2:

Fremgangsmåten ifølge eksempel 1 gjentas med den beskrevne autoklav og med samme mengder vann, monomer, katalysator og puffer.

Polymeriseringstemperaturen holdes mellom 20° C og 30° C, og etter 2 timer uttas en

$$\frac{\text{mol } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{mol Ag NO}_3} = 12.4; \quad \frac{\text{g } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 3.10^{-4}; \quad \frac{\text{g H}_2\text{O}}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 3$$

Temperaturen holdes ved 5° C. Etter en reaksjonstid på 6 timer tas ut 950 g hvitt polymerisat, som oppviser en tilsynelatende vektfylde på ca. 0,3 g/ml.

Hvis tetrafluorethylen innføres gradvis, slik at trykket i autoklaven holdes på ca. 6 atm., vil polymeriseringen forløpe med gassformet monomerforbindelse, og det uttatte polymerisat fås som et granulat, som er tilstrekkelig frittstrømmende til at den tilsynelatende vektfylde er ca. 0,5 g/l.

Polymeriseringen kan lettere kontrolleres enn ved fremgangsmåtene ifølge eksempel 1 og 2, og polymeriseringen med gassformet monomerforbindelse virker på grunn av den større mengde vann som en termisk stabilisator.

Det dannede polymerisat oppviser en trekkstyrke på 230 kg/cm² og en bruddforlengelse på 450 %.

menge polymerisat svarende til den i eksempel 1 angitte mengde.

Hvis tetrafluorethylenet ikke innføres på én gang ved reaksjonens begynnelse, men hvis innføringen strekkes ut over et lengre tidsrom, slik at drifttrykket opprettholdes konstant på ca. 10 atm., vil det uttatte polymerisat danne et granulat med en tilsynelatende vektfylde på 0,45 g/l og være frittstrømmende og lett kunne vaskes.

De dannede polymerisater oppviser gode mekaniske egenskaper, som imidlertid er mindre enn det ifølge eksempel 1 fremstilte produkt. Trekkstyrken er nemlig ca. 180 kg/cm², og bruddforlengelsen er 350 %.

Eksempel 3:

I den i eksempel 1 beskrevne autoklav innføres 2400 g destillert og utluftet vann inneholdende 3 g natriumpyrosulfat i oppløst tilstand og 1000 g tetrafluorethylen i den angitte rekkefølge.

Temperaturen holdes ved ca. 5° C, og ved hjelp av to målepumper innføres i autoklaven som beskrevet i eksempel 1 300 ml vandig oppløsning inneholdende 0,30 g ammoniumpersulfat og 300 ml vandig oppløsning inneholdende 0,018 g sølvnitrat.

Derved fås følgende forhold:

$$\frac{\text{g H}_2\text{O}}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 3$$

Eksempel 4:

I en 2 l autoklav av tilsvarende type som beskrevet i de ovenstående eksempler innføres i den angitte rekkefølge: 900 g destillert og utluftet vann inneholdende 1,2 g oppløst boraks og 300 g tetrafluorethylen.

Autoklaven avkjøles til 10° C, og trykket innstilles på 150 atm. ved hjelp av særlig rent nitrogen.

Mens temperaturen holdes på ca. 10° C, innføres ved hjelp av to målepumper i autoklaven på den i de ovennevnte eksempler beskrevne måte: 150 ml vandig oppløsning inneholdende 0,1 g natriumpersulfat og 150 g vandig oppløsning inneholdende 0,006 g sølvnitrat.

Omrøringen av autoklaven påbegynnes. Temperaturen holdes mellom 10° C og 15° C. Etter 4 timer tas ut 280 g hvitt polymerisat, som

etter filtrering og tørring oppviser en tilsynelatende vektfylde på 0,5—0,6 g/ml.

Polymerisatet oppviser en trekkstyrke på 250 kg/cm², og bruddforlengelsen er 450 %.

Eksempel 5:

I en 2 l autoklav av den i de forannevnte eksempler beskrevne art innføres: 900 g destillert og utluftet vann inneholdende 0,1 g oppløst boraks og så meget tetrafluorethylen at trykket er 6 atm. Temperaturen holdes på ca. 20° C, og ved hjelp av målepumper innføres i autoklaven 50 ml av en oppløsning inneholdende 0,0173 g natriumperoxyd og 50 ml av en oppløsning inneholdende 0,00625 g sølvnitrat.

Omrøringen settes igang, og etter en reaksjonstid på 4 timer, hvorunder trykket opprett-

holdes på ca. 6 atm., tas ut 250 g hvitt granulert polymerisat, hvis tilsynelatende vektfylde er ca. 0,5 g/ml, og hvis mekaniske egenskaper er følgende: trekkstyrke 200 kg/cm², bruddforlengelse 400 %.

Eksempel 6:

I den i eksempel 1 beskrevne autoklav innføres i den angitte rekkefølge: 2 400 g destillert og utluftet vann som inneholder 3 g boraks og 300 g tetrafluorethylen, idet fremgangsmåten ifølge eksempel 5 benyttes.

Temperaturen holdes ved ca. 10° C, og ved hjelp av pumpene innføres 300 ml vandig oppløsning inneholdende 0,1 g ammoniumpersulfat og 300 ml vandig oppløsning inneholdende 0,006 g sølvnitrat. Derved fås følgende forhold:

$$\frac{\text{mol } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{mol Ag NO}_3} = 12.4; \quad \frac{\text{g } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 3.10^{-4}; \quad \frac{\text{g H}_2\text{O}}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 10$$

Reaksjonstemperaturen holdes ved 10° C og trykket ved 6 atm. Etter 4 timers lett kontrollert polymerisering fås 280 g granulert hvitt polymerisat, hvis tilsynelatende vektfylde er ca. 0,5 g/ml. De mekaniske egenskaper er: trekkstyrke 250 kg/cm², bruddforlengelse 450—500 %. Når det arbeides med samme mengder, men uten puffer, fremstilles en meget sur reaksjonsmasse, hvorav det ved vasking og tørring oppnås 200 g av et grålig polymerisat, som er meget surt og dårlig vaskbart.

Eksempel 7:

I en 2 l autoklav av den i de forannevnte eksempler beskrevne type innføres i den angitte rekkefølge: 900 g destillert og utluftet vann, som inneholder 1,2 g boraks og 500 g tetrafluorethylen. Autoklaven varmes opp gradvis til 50° C, mens trykket holdes ved 60 atm. Deretter innføres som vanlig med målepumper 150 ml vandig oppløsning som inneholder 0,1 g ammoniumpersulfat, og 150 ml vandig oppløsning inneholdende 0,006 g sølvnitrat.

Derved fås følgende forhold:

$$\frac{\text{mol } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{mol Ag NO}_3} = 12.4; \quad \frac{\text{g } (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 3.10^{-4}; \quad \frac{\text{g H}_2\text{O}}{\text{g C}_2\text{F}_4} = 2.4$$

Omrøringen av autoklaven påbegynnes, mens temperaturen holdes på ca. 50° C. Etter ca. 3 timer tas ut 450 g granulert hvitt polymerisat, som oppviser en tilsynelatende vektfylde på 0,5 g/ml. Trekkstyrken og bruddforlengelsen er henholdsvis 160 kg/cm² og 300 %.

Eksempel 8:

Det anvendes en 40 l autoklav med en omrøringshastighet varierende mellom 300 og 1 000 omdeininger pr. minutt og utstyrt med automatisk uttømningsventil i bunden og utformet til kontinuerlig eller diskontinuerlig drift. 20 l destillert vann som inneholder 10 g natriumpyrofosfat, innføres i autoklaven under en nitrogenstrøm, og deretter settes vakuum på autoklaven.

Tetrafluorethylen innføres deretter, idet reguleringen utføres ved hjelp av en ventil, inntil trykket i autoklaven er steget til 9 atm. Deretter innføres særskilt og samtidig i autoklaven gjennom to målepumper 100 ml av en 1,6 % vandig ammoniumpersulfatoppløsning og 500 ml av en 0,2 % vandig sølvnitratoppløsning.

Omrøringen av autoklaven påbegynnes, og reaksjonsforløpet kontrolleres ved hjelp av en trykkmåler. Etter at trykket er falt til 8 atm.,

innføres igjen tetrafluorethylen til 9 atm., og slik fortsettes det inntil ialt 4,5 kg tetrafluorethylen er innført. Temperaturen holdes på ca. 30° C.

Trykket har samme verdi som damptrykket ved den angjeldende temperatur. Polymeriseringstiden er ca. 90 minutter. Autoklaven innstilles på et svakt nitrogenovertrykk, og reaksjonsvannet tas ut under nitrogen gjennom et rør som er forsynt med filter.

Polymerisatet vaskes direkte i autoklaven i fravær av luft for å fjerne de siste spor av sølvnitrat, som ved inneslutning i polymerisatet ville misfarve dette. Til dette formål innføres 20 l destillert vann under nitrogentrykk, mens det røres noen tid og igjen frasuges. Derpå innføres vann, og under omrøring tas ut polymerisatet gjennom bunnventilen og samles opp i en beholder, hvis bunn er utstyrt med en 100 mesh sikt.

Det således dannede polymerisat kan tørres og videreforarbeides, idet utbyttet er 4,3 kg hvitt granulert. Trekkstyrken og bruddforlengelsen er henholdsvis 200 kg/cm² og 350 %. Når forsøket gjentas under samme betingelser, men med 10 g natriumtartrat som puffer, oppnås et polymerisat med 0,03 % askeinnhold og en brun farve, som blir forsterket ved påfølgende sintringsoperasjoner.

Eksempel 9:

Under anvendelse av samme apparat som beskrevet i eksempel 8 innføres 20 l destillert vann som inneholder 10 g boraks under en nitrogenstrøm, og autoklaven pumpes deretter lufttom. Deretter innføres tetrafluorethylen, inntil trykket i autoklaven er 5 atm. Ved hjelp av to målepumper innføres samtidig og særskilt 500 ml 1,6 % vandig oppløsning av ammoniumpersulfat og 500 ml 0,2 % sølvnitratoppløsning.

Omrøringsen av autoklaven settes i gang, og reaksjonsforløpet iakttas ved hjelp av en trykkmåler. Trykket synker til 3,5 atm. og holdes på den verdi inntil monomerforbruket er opphørt. Det fås 4 kg tetrafluorethylen. Etter reaksjonsforløpet er trykket i autoklaven lik damptrykket ved angjeldende temperatur. Reaksjonstemperaturen kontrolleres og innstilles ved sirkulering av koldt vann gjennom autoklavens kappe, idet temperaturen under polymeriseringen holdes ved $22 \pm 3^\circ \text{C}$. Polymeriseringstiden er 2 timer.

Det innføres et svakt overtrykk av nitrogen i autoklaven, og reaksjonsvannet tas ut gjennom et rør som er forsynt med filter, og under nitrogen. Polymerisatet vaskes direkte i autoklaven i fravær av luft for helt å fjerne sølvnitratet, som ellers ville misfarve polymerisatet. Til dette formål innføres 20 l destillert vann under nitrogen, idet det røres om i noen tid og deretter evakueres igjen. Vann innføres, og polymerisatet tas ut under omrøring og samles opp i en beholder, hvis bunn er utstyrt med en 100 mesh sikt av rustfritt stål. Det således dannede polymerisat tørres og viderebehandles. Utbyttet av hvitt granulat polymerisat er 3,8 kg. Ved å gjennomføre reaksjonen ved ovennevnte fremgangsmåte, men i fravær av sølvnitrat, fås bare et lite spor av polymerisat. Trykket i autoklaven holder seg praktisk talt konstant under forsøket, hvilket viser at der ikke skjer noen polymerisering. Hvis man foretar reaksjonen ved den angitte fremgangsmåte, men bare i nærvær av sølvnitrat, vil omdannelsen til polymerisat være praktisk talt 0, hvilket viser at ammoniumpersulfat og sølvnitrat har en synergistisk virkning.

Hvis man arbeider i nærvær av sølvnitrat og persulfat, men i fravær av en puffer, foregår reaksjonen ikke så jevnt som i nærvær av en puffer, idet pH-verdien av det vandige medium under reaksjonen kan variere mellom 7 og 3, og det uttatte polymerisat vil være kraftig surt og vanskelig å rense og dessuten ha en mindre termisk stabilitet.

Sammenligningsforsøk:

Det anvendes en 40 liters rustfri stålautoklav forsynt med omrører, avkjølingskappe og en uttømningsventil anbragt i bunnen.

20 liter destillert og avluftet vann som inneholder 10 g oppløst boraks innføres i autoklaven under en nitrogenstrøm, og deretter innføres så meget tetrafluorethylen at det oppnås et trykk på 9 kg/cm².

Gjennom to målepumper innføres samtidig og separat 100 ml av en 1,6 %'ig vandig oppløs-

ning av ammoniumpersulfat og 100 ml av 0,2 %'ig vandig oppløsning av sølvnitrat.

Omrøringsen startes og temperaturen heves til 30°C og holdes på denne verdi under hele reaksjonstiden, mens trykket holdes på 9 kg/cm² ved kontinuerlig tilførelse av tetrafluorethylen.

Det utføres tre forsøk i det samme utstyr og under samme reaksjonsbetingelser, men med reaksjonstider på henh. 30, 60 og 90 minutter.

En annen rekke på tre forsøk utføres i det samme utstyr, ved samme reaksjonsbetingelser og med samme reaksjonstider som angitt ovenfor, men uten tilsetning av sølvnitrat.

Resultatene av de seks forsøk er anført i den følgende tabell:

Reaksjonstid	Oppnådd mengde polytetrafluorethylen i gram	
	med AgNO ₃	uten AgNO ₃
30 minutter	1200	intet
60 minutter	2600	intet
90 minutter	4200	spor

Den oppnådde polymer har en høy grad av hvithet og er praktisk talt fri for aske. Polymeren bevarer også sin hvithet under den følgende sintringsprosess.

Patentkrav:

1. Fremgangsmåte til polymerisasjon av tetrafluorethylen hvor polymerisasjonen foregår i et vandig medium pufret til en pH-verdi mellom 7 og 11 ved hjelp av et alkalimetallsalt av en svak uorganisk syre, i særdeleshet boraks eller alkalimetallpyrofosfat, med et forhold mellom vektmengdene av vann og tetrafluorethylenmonomer på mellom 0,5 : 1 og 20 : 1 og ved en temperatur mellom 0 og 50°C og et trykk på mellom 3,5 og 300 atm. under et dekke av gassformig monomer eller inert gass i nærvær av et katalytisk system bestående av ammonium- eller alkalimetallpersulfat eller -peroxyd i en mengde av mellom 2 og 0,1 mol pr. liter vann, karakterisert ved at det anvendes et katalytisk system som dessuten inneholder sølvnitrat i en slik mengde at molforholdet mellom peroxyforbindelsen og sølvnitrat er mellom 50 : 1 og 1 : 1, fortrinnsvis mellom 10 : 1 og 4 : 1.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakterisert ved at polymerisasjonen foregår under slike temperatur- og trykkforhold at tetrafluorethylenmonomeret foreligger i gassformig tilstand.

Anførte publikasjoner:

Norsk patent nr. 95 872.
U.S. patent nr. 2 393 967.