



**Wirtschaftspatent**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

## 214 379

Int.Cl.<sup>3</sup> 3(51) C 08 F 14/06  
C 08 F 2/18

**AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 08 F/ 2496 658

(22) 08.04.83

(44) 10.10.84

(71) INGENIEURHOCHSCHULE KOETHEN;DD;

(72) MOHR, KARL-HEINZ,DOZ. DR. SC.;KALTWASSER, HANS,DR. RER. NAT.,DD;

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HOMO- ODER COPOLYMERISATEN DES VINYLCHLORIDS

(57) Verfahren zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten des Vinylchlorids nach dem Prinzip der Mikrosuspensionspolymerisation, die für die Bereitung von niedrigviskosen, extrem emulgatorarmen Plastisolen mit geringem Gehalt an Emulsionspolymerisat geeignet sind. Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß das grob in Ansatzwasser mit einem Emulgatorgehalt von maximal 0,2% (bezogen auf das eingesetzte Monomere) vordispersierte Monomere mit einem Druck von 2...5MPa in einer Homogenisierereinrichtung dispergiert wird, die aus einer Düse mit kreisförmigem Querschnitt und 45°-Einlauf und einem der Düse nachgeschalteten Turbulenzraum mit scharfer Abreißkante zwischen Düse und Turbulenzraum besteht und danach das dispergierte Monomere im Turbulenzraum, aber außerhalb der Dispergierzzone mit 0,2...0,6% Emulgator (bezogen auf das eingesetzte Monomere) stabilisiert wird. Die erhaltenen Polymeren waren extrem emulgatorarm. Sie hatten einen sehr geringen Gehalt an Emulsionspolymerisat. Die aus derartigen Polymerisaten hergestellten Plastisole sind insbesondere für Beschichtungen geeignet.

### Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten des Vinylchlorids

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten des Vinylchlorids nach dem Prinzip der Mikrosuspensionspolymerisation, die vorzugsweise für die Bereitung von niedrigviskosen, extrem emulgatorarmen Plastisolen, die ein dem Verwendungszweck angepaßtes Fließverhalten aufweisen, geeignet sind.

### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten des Vinylchlorids nach dem Prinzip der Mikrosuspensionspolymerisation, die zur Bereitung von Plastisolen mit bestimmtem Fließverhalten geeignet sind, ist die Stufe der Homogenisierung von entscheidender Bedeutung, weil in dieser Verfahrensstufe Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung, Emulgatorgehalt und Gehalt an Emulsionspolymerisat festgelegt werden.

Es ist bekannt, die Homogenisierung der organischen in der wäßrigen Phase vorzunehmen, indem die mit dem gesamten Emulgator vordispersierte Mischung einem Hochdruckhomogenisator zugeführt wird, der nach dem Prinzip Manton-Gaulin arbeitet. Diese Verfahrensweise hat den Nachteil, daß das Polymerisat eine relativ breite Partikelgrößenverteilung aufweist und einen hohen Gehalt an Emulsionspolymerisat hat. Diese Polyme-

risate sind in bezug auf ihre Verwendung zur Bereitung von Plastisolen, die für spezielle Anwendungsgebiete vorgesehen sind, nur bedingt geeignet.

Außerdem sind für die Homogenisierung nach diesem Verfahren hohe Drücke notwendig, die einen erhöhten Energieaufwand bedingen.

Es ist weiterhin bekannt, daß das in Ansatzwasser mit dem gesamten Emulgator vordispersierte Vinylchlorid mit einem Druck von 0,5 ... 5,0 MPa einer Vorrichtung zur Homogenisierung zugeführt wird, die aus einer Düse mit nachgeschaltetem Turbulenzraum besteht, wobei die Strömungsgeschwindigkeit im engsten Düsenquerschnitt  $100 \text{ ms}^{-1}$  beträgt (WP 143 078). Nachteilig auf das Fließverhalten der Plastisole, die aus den nach diesem Verfahren hergestellten Polymerisate bereiteten werden, wirken sich der hohe Gehalt an Emulsionspolymerisat und Emulgator aus.

#### Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, Homo- oder Copolymerisate des Vinylchlorids herzustellen, die für die Bereitung von Plastisolen mit speziellen Eigenschaften geeignet sind.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

- Die technische Aufgabe, die durch die Erfindung gelöst wird  
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten des Vinylchlorids nach dem Verfahren der Mikrosuspensionspolymerisation zu entwickeln, das gestattet, Polymerisate herzustellen, die zur Bereitung von extrem emulgatorarmen, niedrigviskosen Plastisolen mit geringem Gehalt an Emulsionspolymerisat, welche ein dem jeweiligen Verwendungszweck angepaßtes Fließverhalten aufweisen, geeignet sind.

- Merkmale der Erfindung

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem das in Ansatzwasser mit einem Emulgatorgehalt von maximal 0,2 % (be-

zogen auf das eingesetzte Monomere) grob vordispersierte Vinylchlorid mit einem Druck von 2 ... 5 MPa in einer Homogenisierereinrichtung dispersiert wird, die aus einer Düse mit kreisförmigem Querschnitt und 45°-Einlauf und einem der Düse nachgeschalteten Turbulenzraum mit scharfer Abreißkante zwischen Düse und Turbulenzraum besteht und das dispersierte Monomere danach im Turbulenzraum, aber außerhalb der Dispersierzone mit 0,2 ... 0,6 % Emulgator (bezogen auf eingesetztes Monomeres) stabilisiert wird.

### Beispiele

Die Erfindung soll anhand folgender Beispiele näher erläutert werden.

#### Beispiel 1

Es wird eine Grobdispersion aus 44,5 Teilen Vinylchlorid und 55,5 Teilen Ansatzwasser mit einem Emulgatorgehalt von 0,1 % (bezogen auf das eingesetzte Monomere) hergestellt, der außerdem in bekannter Weise Initiatoren und Polymerisationshilfsstoffe, wie sie bei der Mikrosuspensionspolymerisation üblich sind, zugesetzt sind.

Diese Grobdispersion wird mittels Druckpumpe der Homogenisiervorrichtung zugeführt, wobei folgende Verfahrens- und Apparateparameter eingehalten werden:

Homogenisierdruck 2,8 MPa, Strömungsgeschwindigkeit im engsten Düsenquerschnitt  $80 \text{ ms}^{-1}$ . Der Durchmesser des engsten Düsenquerschnittes betrug 2 mm. Der Durchmesser des Turbulenzraumes betrug 4 mm und die Tiefe des Turbulenzraumes 10 mm.

Mittels Dosierpumpe wurde in den Turbulenzraum, aber außerhalb der Dispersierzone eine Emulgatorlösung mit einem Gehalt von 0,5 % (bezogen auf das eingesetzte Monomere) eindosiert.

Das erhaltene Polymere war extrem emulgatorarm. Der Gehalt an Emulsionspolymerisat lag unter 0,02 % (bezogen auf das gesamte Polymere). Das Polymerisat hatte eine Standardabweichung von der logarithmischen Normalverteilung von 0,06.

Das so erhaltene Polymerisat wurde unter Zugabe von Dioctyl-

phthalat (40 Teile DOP und 60 Teile PVC) zu einem Plastisol verarbeitet. Das Fließverhalten wurde durch rheologische Messungen im Scherbereich  $0,16 \dots 5\,000\text{ s}^{-1}$  bestimmt. Das Viskositätsmaximum wurde mit  $2\,100\text{ mPas}$  ermittelt. Plastisole mit den genannten Kennwerten sind besonders für die Herstellung emulgatorarmer Beschichtungen geeignet.

### Beispiel 2

Entsprechend Beispiel 1 wird die gleiche Grobdispersion, aber mit einem Gehalt von  $0,6$  Emulgator (bezogen auf das eingesetzte Monomere) unter gleichen Bedingungen und in der gleichen Vorrichtung dispergiert.

Das erhaltene Polymere hatte einen dem Verwendungszweck übersteigenden Emulgatorgehalt. Der Gehalt an Emulsionspolymerisat betrug  $11,5\%$  (bezogen auf das gesamte Polymere). Das Polymerisat hatte eine Standardabweichung von der logarithmischen Normalverteilung von  $0,45$  (Emulsionspolymerisat) und  $0,06$  (Mikrosuspensionspolymerisat).

Das Viskositätsmaximum des unter gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 hergestellten und getesteten Plastisols wurde mit  $7\,300\text{ mPas}$  ermittelt.

Plastisole mit einem derart hohem Gehalt an Emulsionspolymerisat und Emulgator und einem so hohen Viskositätsmaximum sind nicht für die speziellen Anwendungsgebiete der Mikrosuspensionspolymerisate geeignet.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten des Vinylchlorids nach dem Prinzip der Mikrosuspensionspolymerisation mit enger spektraler Verteilung und extrem geringem Emulgatorgehalt und sehr niedrigem Gehalt an Emulsionspolymerisat, die für die Bereitung von Plastisolen mit einem dem Verwendungszweck angepaßten Fließverhalten geeignet sind, gekennzeichnet dadurch, daß das grob in Ansatzwasser mit einem Emulgatorgehalt von maximal 0,2 % (bezogen auf das eingesetzte Monomere) vordispersierte Monomere mit einem Druck von 2 ... 5 MPa in einer Homogenisiereinrichtung dispersiert wird, die aus einer Düse mit kreisförmigem Querschnitt und 45°-Einlauf und einem der Düse nachgeschalteten Turbulenzraum mit scharfer Abreißkante zwischen Düse und Turbulenzraum besteht und danach das dispersierte Monomere im Turbulenzraum, aber außerhalb der Dispersierzone mit 0,2 ... 0,6 % Emulgator (bezogen auf das eingesetzte Monomere) stabilisiert wird.