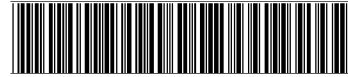




(19) **REPUBLIKA HRVATSKA**
DRŽAVNI ZAVOD ZA
INTELEKTUALNO VLASNIŠTVO



(10) Identifikator
dokumenta:

HR P960431 A2

HR P960431 A2

(12) **PRIJAVA PATENTA**

(51) MKP⁶: **G 01 N 21/35**

(21) Broj prijave: P960431A

(22) Datum podnošenja prijave patenta: 25.09.1996.

(43) Datum objave prijave patenta: 31.08.1997.

(31) Broj prve prijave: 09500784 (32) Datum podnošenja prve prijave: 25.09.1995. (33) Država ili organizacija podnošenja prve prijave: BE

(62) Broj i datum prvobitne prijave u slučaju podjele patenta:

(71) Podnositelj prijave:

Solvay (Societe Anonyme), 33, rue du Prince Albert, 1050 Bruxelles, BE

(72) Izumitelj:

Claude Josephy, Kievitlaan, 165, 1800 Vilvoorde, BE

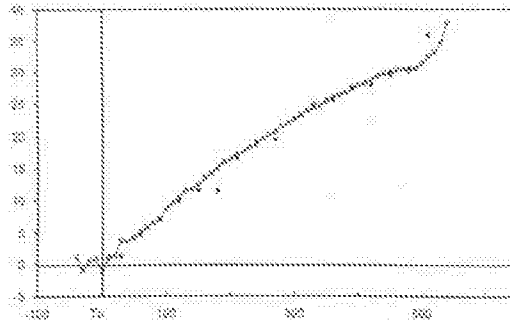
Pol Breyer, Sint-Amandsstraat, 181, 1853 Grimbergen, BE

(74) Zastupnik:

Hraste & Partneri odvjetničko društvo, Zagreb, HR

(54) Naziv izuma: **POSTUPAK I UREĐAJ ZA KONTROLU KVALITETE LATEKSA POLIMERA VINILSKOG HALOGENA**

(57) Sažetak: Postupak kontrole kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena u tijeku polimerizacije u vodenoj emulziji u kome se emitira zračenje svjetlosti direktno u vodenu emulziju, hvata se i prenosi u spektrofotometar blizu infracrvenom spektru difuzno reflektirana svjetlost s polimernim česticama lateksa u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm i mjeri se na specifičnim valnim dužinama vezanim s jednadžbama korelacije specifičnih osobina kontroliranog lateksa. Uređaj za kontrolu lateksa u reaktoru u tijeku polimerizacije koji sadrži suštinsku sondu mjerenja smještenu u reaktor, optičku vezu spomenute sonde sa spektrofotometrom bliskim infracrvenom spektru koji je snabdjeven sredstvima za emitiranje svjetlosti i za hvatanje difuzno reflektiranje svjetlosti i računarom koji ima memoriju jednadžbi korelacije.



HR P960431 A2

Ovaj se postupak odnosi na postupak kontrole kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena. On se odnosi još više na postupak kontrole kvalitete lateksa takvih polimera u tijeku polimerizacije radikala u vodenoj emulziji monomera vinilskih halogena. On se odnosi također na uređaj za kontrolu kvalitete vodenih emulzija.

5 Polimerizacija radikala u vodenoj emulziji koja se izvodi tipično, preko vodene sredine polimerizacije, emulzijskih agenasa i inicijatorskih radikala predstavlja tehniku polimerizacije naročito dobro adaptiranu u proizvodnji vodenih emulzija polimera vinilskih halogena, obično nazvanih lateks, takvih kao što su, na primjer, lateksi vinil poliklorida ili kopolimeri viniliden klorida. Lateksi, tako dobiveni, sadrže fine čestice polimernih elemenata koje imaju prosječne
10 promjere vrlo male, koji mogu biti od oko 10 do oko 4000 nm (nanometara). Za neke primjene, takve kao na primjer u području boja ili premaza općenito, ovi lateksi nalaze direktnu primjenu bez prethodnog izdvajanja polimera iz njihove sredine polimerizacije. U drugim primjenama, takvim kao na primjer plastisolima na bazi PVC, polimeri su izolirani iz njihove sredine polimerizacije i osušeni prije obrade. U svim slučajevima, kvaliteta dekorativno ukrašenih proizvoda ovisi,
15 naročito, od prosječnog promjera čestica polimernih elemenata lateksa i raspodjele promjera čestica. Zato je utvrđeno poželjnim da se osigura efikasan i brz postupak kontrole kvalitete lateksa u tijeku polimerizacije u vodenoj emulziji kako bi se osigurala veoma dobra reproduktivnost kvalitete lateksa i polimernih proizvoda. Kontrola odvijanja polimerizacije pogodnim mjerenjima koja odražavaju osobine polimera u formiranju, dopušta zaista reguliranje uvjeta polimerizacije na način proizvodnje polimera koji imaju prethodno određene osobine s poboljšanom reproduktivnošću.

20 Već je predložena kontrola osobina koja karakterizira molekularnu strukturu polimera, takvih kao koeficijent viskoznosti ili gustoća polimera, s pogodnim mjerenjem spektra apsorpcije u području bliskom infra-crvenoj (niže "NIR") na uzorcima polimera unaprijed uzetim u tijeku polimerizacije i prethodno oslobođenim iz njihove sredine polimerizacije, i naročito, polimera olefina u prahu (patentni zahtjev EP-A- O 328 826). Postupak zato dopušta regulaciju polimerizacije miješanjem u uvjetima polimerizacije kad se pojavi prethodno određena razlika između mjerenih osobina na izoliranim
25 polimerima i onih koje se očekuju. Ipak, postupak prema dokumentu EP-A O 328 826 zahtijeva uzimanje i pravilnu analizu uzoraka polimera prethodno izoliranog iz njegove sredine polimerizacije i nije prema tome adaptiran u kontroli "in situ" u tijeku polimerizacije.

Na drugi način opisano je mjerenje (iz aspekta etaloniranja) spektralne transflektanse u području bliskoj infra-crvenoj, koja se kreće od 900 do 1200 nm, na svjetlosti prenijetoj kroz lateks kopolimera stirena i metil akrilata, u 30% masenih
30 suhe materije, koji sadrži polimerne čestice čiji se prosječni promjer kreće od oko 60 do 80 nm (Paul D. Gossen et al., Applied Spectroscopy, Vol. 47, No 11, 1993, pp. 1852-1870). Ova mjerenja su omogućila postavljanje izvjesnih korelacija između transflektanse na ovim specficiranim valnim dužinama i izvjesnih osobina lateksa kopolimera stirena i metil akrilata, takvih kao prosječni promjer čestica i sadržaj čvrstih materija lateksa. Ipak, ova tehnika etaloniranja "off
35 line" na svjetlosti prenijetoj kroz lateks opisana je kao neodgovarajuća za lateks koji sadrži polimerne čestice čiji se prosječni promjer kreće od oko 150 do 200 nm (i više). Ona nije prema tome primjenljiva u kontroli industrijskog lateksa čija koncentracija može nadmašiti 50% finalne polimerizacije, ni u određivanju prosječnih promjera i općenitije raspodjele promjera polimernih čestica u vodenim emulzijama formiranim od jedne ili više vrsta čestica čiji je krajnji prosječni promjer generalno veći od oko 200 nm.

40 Ovaj izum ima za cilj osigurati postupak kontrole kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena koji nema ni jedan od gore navedenih nedostataka.

U ovom cilju, izum se odnosi na postupak kontrole kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena u tijeku polimerizacije radikala u vodenoj emulziji monomera vinilskih halogena, karakteriziran time što se emitira u vodenu emulziju svjetlosno
45 zračenje, hvata se i prenosi u spektrofotometar blizak infracrvenom spektru, difuzno reflektirana svjetlost koja je s polimernim česticama lateksa u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm, mjeri se difuzno reflektirana svjetlost na određenim specifičnim valnim dužinama smještenim u ovaj spektralni opseg i koreliranim sa specifičnim osobinama lateksa pomoću jednadžbi smještenih u jednu memoriju, uvode se mjerene vrijednosti u navedenu memoriju i
50 računa se kontrolirana specifična osobina.

Valne dužine odabrane za izvršenje korelacije između difuzno reflektirane svjetlosti (nazvana kasnije kratko "reflektansa") i jedne specifične osobine lateksa polimera bit će generalno funkcija uvjeta polimerizacije, prirode lateksa i polimera vinilskog halogena. One moraju prema tome biti prethodno određene eksperimentalnim putem. Pogodno, ovo etaloniranje
55 se vrši statističkom analizom na velikom broju uzoraka lateksa. Određivanje jednadžbi korelacije vrši se pogodno statističkom regresijom. Jednadžbe korelacije mogu se tada uvesti u memoriju računara, spregnutog sa spektrofotometrom, u samom spektrofotometru, i osobine se računaju direktno.

U vidu neograničavajućih primjera kvalitete lateksa koji mogu biti kontrolirani u tijeku polimerizacije prema postupku iz izuma, može se navesti prosječni promjer čestica, ukupni sadržaj suhih materija i prema tome koeficijent konverzije (ili koeficijent napredovanja reakcije polimerizacije), raspodjela promjera čestica (po vrstama) i prema tome detekcija
60 različitih vrsta čestica ili još ukupna površina čestica.

U vidu primjera valnih dužina koreliranih sa statističkom regresijom sa specifičnim osobinama lateksa homopolimera vinil klorida na primjer, mogu se navesti:

- 5 - za ukupni sadržaj suhih materija:
1602, 1610, 1692, 1714, 1886, 2394 nm
- za prosječni promjer čestica
1332, 1382, 1390, 1816, 2102, 2180 nm
- 10 - za vrstu čestica promjera od 500 do 900 nm:
1394, 1402, 1410, 2094, 2488 nm
- za ukupnu površinu čestica:
15 1190, 1198, 1206, 1404, 2230 nm

Mjerenje difuzno reflektirane svjetlosti (reflektansa) na specificiranim valnim dužinama vrši se generalno bar na određenom broju puta u tijeku polimerizacije; na primjer bar do početka polimerizacije iz aspekta sljedećeg startanja i krajnje polimerizacije iz aspekta verifikacije koeficijenta konverzije prije degazacije reaktora.

20 Sljedeći jedan određeni način realizacije postupka prema izumu, kontrola kvalitete lateksa polimera vinilskog halogena vrši se na uzorku vodene emulzije uzetom u tijeku polimerizacije. Ovo uzimanje uzorka može se na primjer vršiti u jednom "by-pass" koji je smješten u reaktor polimerizacije.

25 Sljedeći drugi određeni način realizacije kome se daje prednost, postupak kontrole prema izumu vrši se na vodenoj emulziji direktno u reaktoru polimerizacije. U ovom načinu poželjne realizacije, bilo kakvo uzimanje uzorka lateksa nije potrebno i odgovor na svaku devijaciju jedne osobine u odnosu na vrijednost prethodno definiranu je još uvijek brz. Osim toga, ovaj način realizacije predstavlja prednost u omogućavanju kontinuirane kontrole kvalitete lateksa u tijeku polimerizacije.

30 Pod monomerom vinilskog halogena, podrazumijeva se označavanje u ciljevima ovog izuma da svaki monomer koji se može polimerizirati pomoću radikala posjeduje jedan nezasićeni olefinski terminal i supstituiran s bar jednim atomom halogena. Poželjno, ovi monomeri su izabrani između supstituiranih derivata etilena i propilena i sadrže samo dva ili tri atoma ugljika respektivno. Poželjno, atomi halogena su izabrani između atoma klora i fluora. U vidu neograničavajućih primjera sličnih monomera, mogu se navesti vinil klorid, vinil bromid, vinil fluorid, viniliden klorid, viniliden fluorid, klorotrifluoroetilen, tetrafluoroetilen i heksafluorpropilen. Izum je naročito adaptiran u kontroli polimerizacije radikala u vodenoj emulziji vinil klorida, viniliden klorida i viniliden fluorida.

40 Pod polimerizacijom, podrazumijeva se u ciljevima ovog izuma također homopolimerizacija monomera vinilskih halogena kao njihova kopolimerizacija između njih ili s drugim monomerima koji se mogu kopolimerizirati s njima. U vidu primjera ovih posljednjih, mogu se navesti vinilski esteri, takvi kao vinil acetat, akrilni esteri takvi kao metil akrilat i metil metaakrilat, nezasićeni nitrili, takvi kao akrilonitril i metakrilonitril, alkilni esteri takvi kao alil acetat, stirenski derivati i alfa-olefini, takvi kao etilen i propilen. Ipak, izum se primjenjuje poželjno u kontroli lateksa polimera koji sadrže bar 50% molarnih i poželjno 80% molarnih jedinica derivata monomera vinilskih halogena. On se primjenjuje naročito u kontroli kvalitete lateksa polimera vinil klorida, specijalnije homopolimera vinil klorida, kopolimera viniliden klorida i polimera, homo- i kopolimera, viniliden fluorida.

50 U vidu neograničavajućih primjera kopolimera viniliden klorida, mogu se spomenuti kopolimeri koji sadrže oko 70 do 90% masenih viniliden klorida, gdje je ostatak sastavljen uglavnom od akrilata alkila, takvih kao metil akrilat, ili još od vinil klorida.

U vidu neograničavajućih primjera kopolimera viniliden fluorida, mogu se spomenuti kopolimeri sa klorotrifluoretrenom ili sa heksafluorpropilonom koji sadrži bar 75% masenih viniliden fluorida.

55 Pod polimerizacijom radikala u vodenoj emulziji, podrazumijeva se označavanje u ciljevima ovog izuma svaki postupak polimerizacije radikala koji se vrši u vodenoj sredini u prisutnosti emulzijskih agenasa i inicijatora radikala. Ova definicija obuhvaća specifičnu polimerizaciju u vodenoj emulziji nazvanu "klasična" u kojoj se koriste inicijatori hidrosolubilnih radikala, kao što je polimerizacija u mikrosuspenziji, još nazvanoj u homogeniziranoj vodenoj disperziji, u kojoj se koriste inicijatori oleosolubilni i realizira se jedna emulzija kapljica monomera zahvaljujući jakom mehaničkom miješanju u prisustvu emulzijskih agenasa.

Priroda emulzijskih agenasa i inicijatora, hidro-i oleosolubilnih, nije kritična. Postupak kontrole prema pronalasku

primjenjuje se, prema tome, u svakom postupku polimerizacije radikala u vodenoj emulziji monomera vinilskih halogena u prisutnosti inicijatora i uobičajenih emulzijskih agenasa ovog tipa polimerizacije. On je naročito adaptiran za kontrolu polimerizacije u vodenoj emulziji "klasičnoj" korištenjem emulzijskih agenasa i hidrosolubilnih inicijatora.

5 Postupak prema izumu predstavlja prednost u omogućavanju praćenja kvalitete lateksa, takvom kao na primjer praćenje koeficijenta i /ili prosječnog promjera polimernih čestica, u tijeku svakog trajanja polimerizacije, što znači za male koeficijente konverzije (početak polimerizacije) kada je lateks siromašan u čvrstim materijama i sadrži samo čestice vrlo malih dimenzija kao i za veće koeficijente konverzije (kraj polimerizacije) kada je lateks bogat čvrstim materijama (više desetina %) i sadrži naročito čestice većeg promjera.

10 Postupak prema izumu predstavlja značajnu prednost u omogućavanju direktnog mjerenja u tijeku polimerizacije određenih osobina lateksa bez prethodnog izdvajanja polimera iz njegove sredine polimerizacije (u slučaju vode). U ovom cilju, omogućen je odgovor veoma brz u slučaju devijacije jedne osobine lateksa u odnosu na vrijednost prethodno utvrđenu, što znači jedna brza intervencija u slučaju potrebe na parametre polimerizacije koji imaju utjecaj na osobinu "odstupanje" i prema tome jedna regulacija polimerizacije koja može garantirati veoma dobru reproduktivnost kvalitete lateksa proizvoda. U vidu neograničavajućih primjera parametara dobro poznatih stručnjacima koji mogu imati utjecaj na osobine lateksa polimera u tijeku polimerizacije, mogu se spomenuti temperatura polimerizacije, brzina miješanja sredine polimerizacije, program ubrizgavanja reaktanta, takvog kao emulzijski agens i inicijator ili još uvođenje u tijeku polimerizacije jednog ili više drugih lateks polimera.

20 Izum se odnosi također na uređaj za kontrolu kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena u reaktoru u tijeku polimerizacije.

25 Uređaj prema izumu sadrži suštinski jednu sondu mjerenja postavljenu u reaktor, optičku vezu između spomenute sonde i spektrofotometra bliskog infra-crvenom spektru smještenog izvan reaktora, gde je spomenuti spektrofotometar osiguran sredstvima za emitiranje svjetlosnog zračenja i za hvatanje difuzno reflektirane svjetlosti u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm i s računarom koji ima memoriju jednadžbi definiranih u korelaciji između vrijednosti difuzno reflektirane svjetlosti na specifičnim valnim dužinama i specifičnih osobina lateksa.

30 Sonde mjerenja ovog tipa, nazvane "sonde NIR" mogu se naći na tržištu. Optička veza između sonde mjerenja i spektrofotometra bliskog infra-crvenom spektru pravi se pogodno od optičkih vlakana.

Preporučuje se da se sonda mjerenja postavi na dno reaktora i, tako, da se postavi iznad mješalice uz pažnju na to da ona bude pozicionirana na takav način da bude potopljena na početku polimerizacije (što znači kada reaktor sadrži cjelokupnu šaržu polimerizacije). U ovim uvjetima, izvršena mjerenja kontrole su reprezentativna za kvalitetu lateksa.

35 Podrazumijeva se da sonda smještena u reaktoru mora biti sposobna izdržati povišene tlakove razvijene u tijeku polimerizacije i snižene tlakove primijenjene prije polimerizacije radi eliminiranja kisika iz reaktora. Također se podrazumijeva da sonda mora biti potpuno hermetizirana da bi se isključilo svako curenje plinovitog monomera.

40 U ovom cilju, preporučuje se korištenje sonde snabdjevene s dvije hermetičke barijere: prva bočna hermetička barijera reaktora, na primjer safirno staklo, i druga vanjska bočna hermetička barijera, na primjer spoj tipa O-prstena, i da se održava unutrašnjost sonde ispod fiksnog tlaka neutralnog plina.

45 Kontrola ovog pritiska će omogućiti detekciju neispravnosti bočne barijere reaktora podizanjem tlaka u tijeku polimerizacije (ili jedan pad tlaka za vrijeme faze stavljanja pod vakuum) i neispravnost vanjske bočne barijere s jednim padom tlaka.

50 Da bi se osigurala maksimalna sigurnost i omogućila detekcija neispravnosti eventualno istovremeno dvije hermetičke barijere, može se također predvidjeti detektor monomera, na primjer vinil klorida, na mjestu gdje sonda prodire u reaktor polimerizacije. Pod pretpostavkom takve istovremene neispravnosti dvije hermetičke barijere, jedna dvostruka dodatna zaštita može se još predvidjeti, s ciljem, zatvaranja jednog ventila na kanalu koji dijeli spoj optičkih vlakana sa sondom mjerenja i osigurava hermetičnost otvora na tijelu, kao i zatvaranje (poslije svakog podizanja spoja optičkih vlakana) drugog ventila na kanalu instaliranom u seriji s prvim u cilju osiguranja dodatne sigurnosti ukupne hermetičnosti otvora na tijelu.

55 Uređaj prema izumu može biti adaptiran za kontrolu kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena u vodenoj emulziji neovisno od reaktora za polimerizaciju koji se obično koristi za polimerizaciju u vodenoj emulziji takvih monomera. Ovi reaktori su generalno snabdjeveni sredstvima za uvođenje reaktanta i za praćenje lateksa polimera, sa miješalicom i dvostrukim omotačem za izvlačenje toplote polimerizacije.

Primjeri koji slijede su namijenjeni ilustraciji postupka i uređaja prema izumu.

Oni se odnose na homopolimerizaciju u vodenoj emulziji vinil klorida radi proizvodnje lateksa vinil poliklorida direktnim kontroliranjem u reaktoru razvoja ukupnog sadržaja suhih materija lateksa vinil poliklorida i prosječnog promjera polimernih čestica u tijeku odvijanja polimerizacije.

Mjerenja reflektanse u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm na valnim dužinama specifično koreliranim s dvije osobine lateksa homopolimera vinil klorida vršena su svake dvije minute počevši od početnog punjenja do kraja reakcije polimerizacije i degaziranja rezidualnog vinil klorida.

Primjeri su realizirani u laboratorijskom reaktoru volumena 6,6 litara, snabdjevenom dvostrukim omotačem u kome cirkulira fluid prijenosnik toplote i miješalicom s lopaticom od nehrđajućeg čelika. Reaktor je inače snabdjeven s jednom sondom mjerenja u području bliskom infracrvenoj (NIR) hermetički fiksiranoj kroz dvostruki omotač s prozorom mjerenja postavljenim na vrhu strane reaktora. Ova sonda je smještena na dnu reaktora ispod nivoa početnog punjenja. Jednadžbe korelacije i kalkulator su uključeni u računar povezan s spektrofotometrom.

Primjer 1

Ovaj primjer se odnosi na kontrolu ukupnog sadržaja suhih materija i prosječnog promjera čestica u tijeku polimerizacije u vodenoj emulziji koja se ne može miješati vinil klorida za proizvodnju lateksa monomodala, sastavljenog od jedne vrste čestica, čiji se prosječni promjer kreće oko 300 nm. Pod polimerizacijom vodene emulzije koja se ne može miješati, podrazumijeva se označavanje polimerizacije u prisutnosti jedne količine emulzijskog agensa čija koncentracija ne prelazi ni u jednom trenutku koncentraciju kritičnog emulzijskog agensa koji se može miješati.

Uvodi se sukcesivno u reaktor na temperaturi ambijenta 2675 g demineralizirane vode i 0,0075 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (treba 7,5 cm^3 otopine koja sadrži 1g/l). Zatvori se reaktor i pusti se u rad miješalica na 225 obrta/min. Održava se temperatura sadržaja reaktora na 30°C. Jednom tako stabiliziran, dva puta se vakuumira (na 180 mm Hg) i, između dvije operacije, očisti se reaktor azotnom tehnikom pod tlakom od 600 mm Hg. Uvodi se zatim 2180 g vinil klorida i održava se progresivno temperatura sadržaja reaktora na 51°C. U trenutku kad se dostigne 51°C, uvodi se 1.3 g amonij persulfata (treba 26 cm^3 otopine na 50 g/l). Šest minuta kasnije, uvodi se 2,16 g amonijaka (treba 16 cm^3 otopine u 135 g/l). Ovaj trenutak se smatra kao nulto vrijeme polimerizacije (t_0). Između $t_0 + 4\text{h } 15\text{ min}$, uvodi se progresivno 21.8 g miristinske kiseline (u obliku soli amonija) (treba 242 cm^3 otopine na 90 g/kg miristinske kiseline). Poslije jednog pada tlaka od 2 bara, održava se temperatura na 80°C. Reducira se brzina miješanja na 50 obrta/min i eliminira se rezidualni vinil klorid degaziranjem i izvlačenjem pod ključanjem.

U vidu kontrole dobivenih vrijednosti počevši od mjerenja reflektanse, uzima se počevši od $t_0 + 0\text{h } 30\text{ min}$ i u regularnim intervalima oko 30 minuta uzorak lateksa vinil poliklorida. Uzeti uzorci su oslobođeni iz rezidualnog vinil klorida degaziranjem i izvlačenjem pod ključanjem.

Na ovim uzorcima, određen je sadržaj suhih materija (sa denzimetrom) i prosječni promjer čestica s fotospektrometrom.

Na slici 1, u dodatku, nanesen je na ordinatu ukupni sadržaj suhih materija kontroliranog lateksa, izražen u %. Na slici 2, u dodatku nanesen je na ordinatu prosječni promjer čestica izražen u mikrometrima (mm). Na slikama 1 i 2, na apscisi je nanesena su vremena izražena u minutama, počevši od t_0 . Na ovim slikama prazni kvadrati odgovaraju mjerenjima izvršenim svake dvije minute prema izumu, a puni krugovi mjerenjima izvršenim svakih 30 minuta na uzorcima uzetim u tijeku polimerizacije.

Primjer 2

Ovaj primjer se odnosi na kontrolu ukupnog sadržaja suhih materija i prosječni promjer čestica u tijeku polimerizacije u vodenoj emulziji zasijanog vinil klorida koji se ne može miješati za dobijanje lateksa monomodala, koji sadrži jednu vrstu čestica čiji se finalni prosječni promjer kreće oko 600 nm.

Uvodi se sukcesivno u reaktor 2520 g vode, 0,0070 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (treba 7g otopine 1g/l) i 295 g vinila u obliku lateksa proizvedenog u primjeru 1. Zatvori se reaktor i pusti se miješalica u rad. Počevši od ovog momenta, ponovno se uzima integralno postupak iz primjera 1, ali radi se sa sljedećim količinama sastojaka (izraženim u g):

vinil klorid: 1975,00

amonij persulfat: 0,70

amonijak: 2,00

miristinska kiselina (u obliku soli): 11,80

Kao u primjeru 1, mjeri se direktno u vodenoj emulziji preko sonde svake dvije minute vrijednost reflektanse na

navedenim valnim dužinama i uzimaju se inače regularno svakih 30 minuta uzorci lateksa koji su poslije degaziranja analizirani u vidu kontrole.

Rezultati mjerenja su prikazani na slikama 3 i 4, u dodatku, na kojima apscise također predstavljaju vremena, izražena u minutama, počevši od t_0 . Na slici 3, nanesen je na ordinatu ukupni sadržaj suhih materija kontroliranog lateksa, izražen u % a na slici 4 prosječni promjer čestica izražen u mm.

Usporedba rezultata predstavljena na slikama 1 do 4 potvrđuje praktičnost i reproduktivnost postupka kontrole kvalitete lateksa prema izumu.

PATENTNI ZAHTJEVI

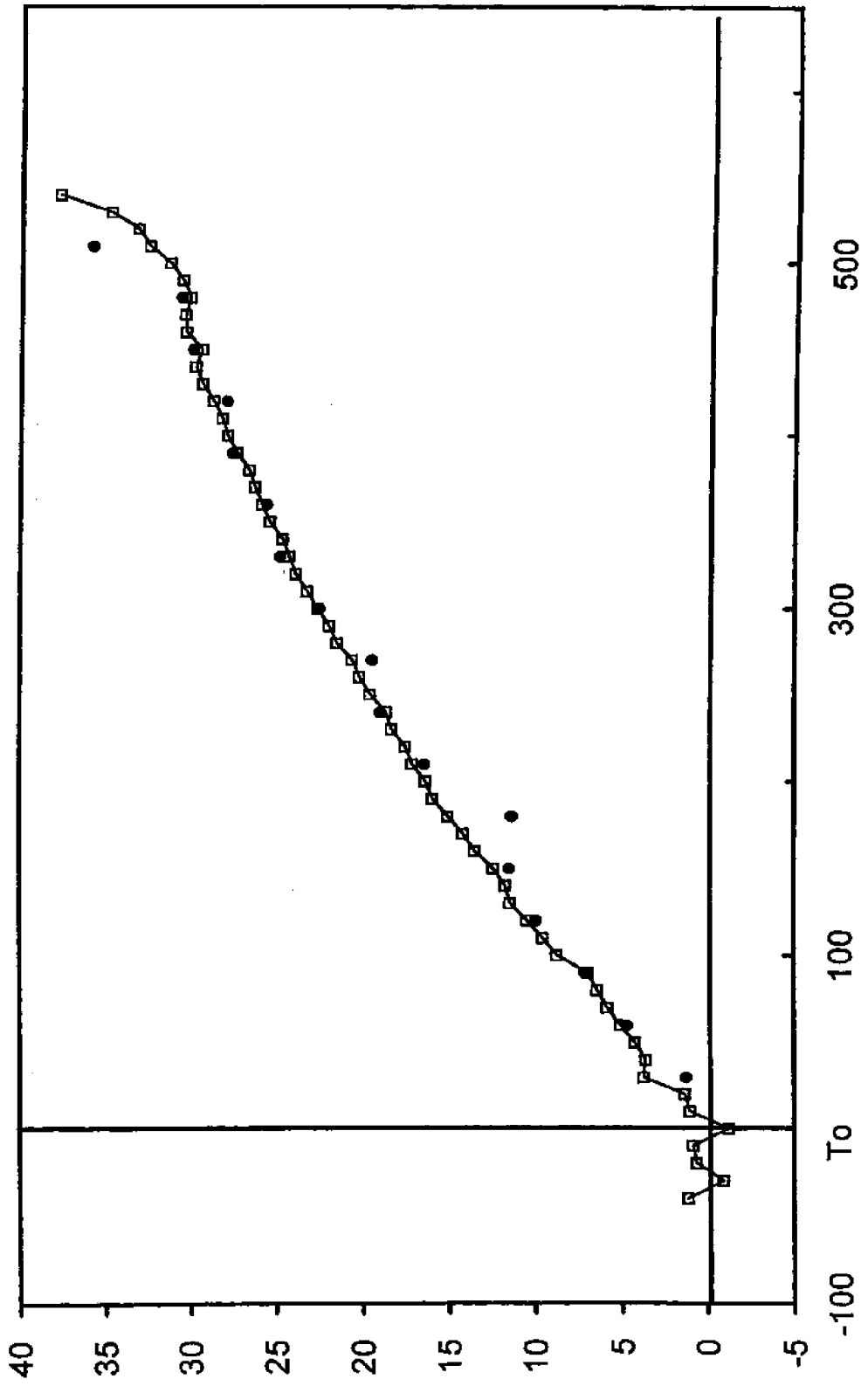
1. Postupak kontrole kvalitete lateksa polimernih vinilskih halogena u tijeku polimerizacije radikala u vodenoj emulziji monomera vinilskih halogena, **naznačen time**, što se emitira u vodenu emulziju svjetlosno zračenje, hvata se i prenosi u spektrofotometar blizak infracrvenom spektru difuzno reflektirana svjetlost s polimernim česticama lateksa u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm, mjeri se difuzno reflektirana svjetlost na izvjesnim specifičnim valnim dužinama smještenim u ovaj spektralni opseg i korelira sa specifičnim osobinama lateksa pomoću korelacije smještene u jednoj memoriji, uvode se mjerene vrijednosti u spomenutu memoriju i računa se kontrolirana specifična osobina.
2. Postupak kontrole prema zahtjevu 1, **naznačen time**, što se kontrola kvalitete lateksa polimera vinilskog halogena vrši na uzorku vodene emulzije uzetom u reaktoru u tijeku polimerizacije.
3. Postupak kontrole prema zahtjevu 1, **naznačen time**, što se kontrola kvalitete lateksa vrši na vodenoj emulziji direktno u reaktoru polimerizacije.
4. Postupak kontrole prema bilo kojem od zahtjeva 1 do 3, **naznačen time**, što se primjenjuje u kontroli kvalitete lateksa polimera monomera vinilskih halogena izabranim između vinil klorida, viniliden klorida i viniliden fluorida.
5. Postupak prema zahtjevu 4, **naznačen time**, što su polimeri vinilskih halogena izabrani između homopolimera vinil klorida, kopolimera viniliden klorida i homopolimera kopolimera viniliden fluorida.
6. Postupak kontrole prema bilo kom zahtjevu 1 do 5, **naznačen time**, što se primjenjuje u polimerizaciji radikala u vodenoj emulziji u prisutnosti emulzijskih agenasa i inicijatora radikala hidrosolubilnih.
7. Uređaj za kontrolu kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena u reaktoru u tijeku polimerizacije u vodenoj emulziji, **naznačen time**, što sadrži suštinski sondu mjerenja postavljenu u reaktor, optičku vezu između spomenute sonde spektrofotometra bliskog infra-crvenom spektru smještenom izvan reaktora, gdje je spomenuti spektrofotometar snabdjeven sredstvima za emitiranje svjetlosnog zračenja i za hvatanje difuzno reflektirane svjetlosti u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm i računarom koji ima memoriju jednadžbi koje definiraju korelaciju između difuzno reflektirane svjetlosti na specifičnim valnim dužinama i specifičnim osobinama lateksa.
8. Uređaj prema zahtjevu 7, **naznačen time**, što se optička veza između sonde mjerenja i spektrofotometra bliskog infracrvenom spektru pravi od optičkih vlakana.
9. Uređaj prema zahtjevima 7 ili 8, **naznačen time**, što se sonda postavlja na dno reaktora iznad miješalice.
10. Uređaj prema zahtjevima 7 do 9, **naznačen time**, što je sonda snabdjevena s prvom bočnom hermetičkom barijerom reaktora i drugom vanjskom bočnom hermetičkom barijerom i time što se unutrašnjost sonde održava ispod fiksnog pritiska neutralnog plina.

SAŽETAK

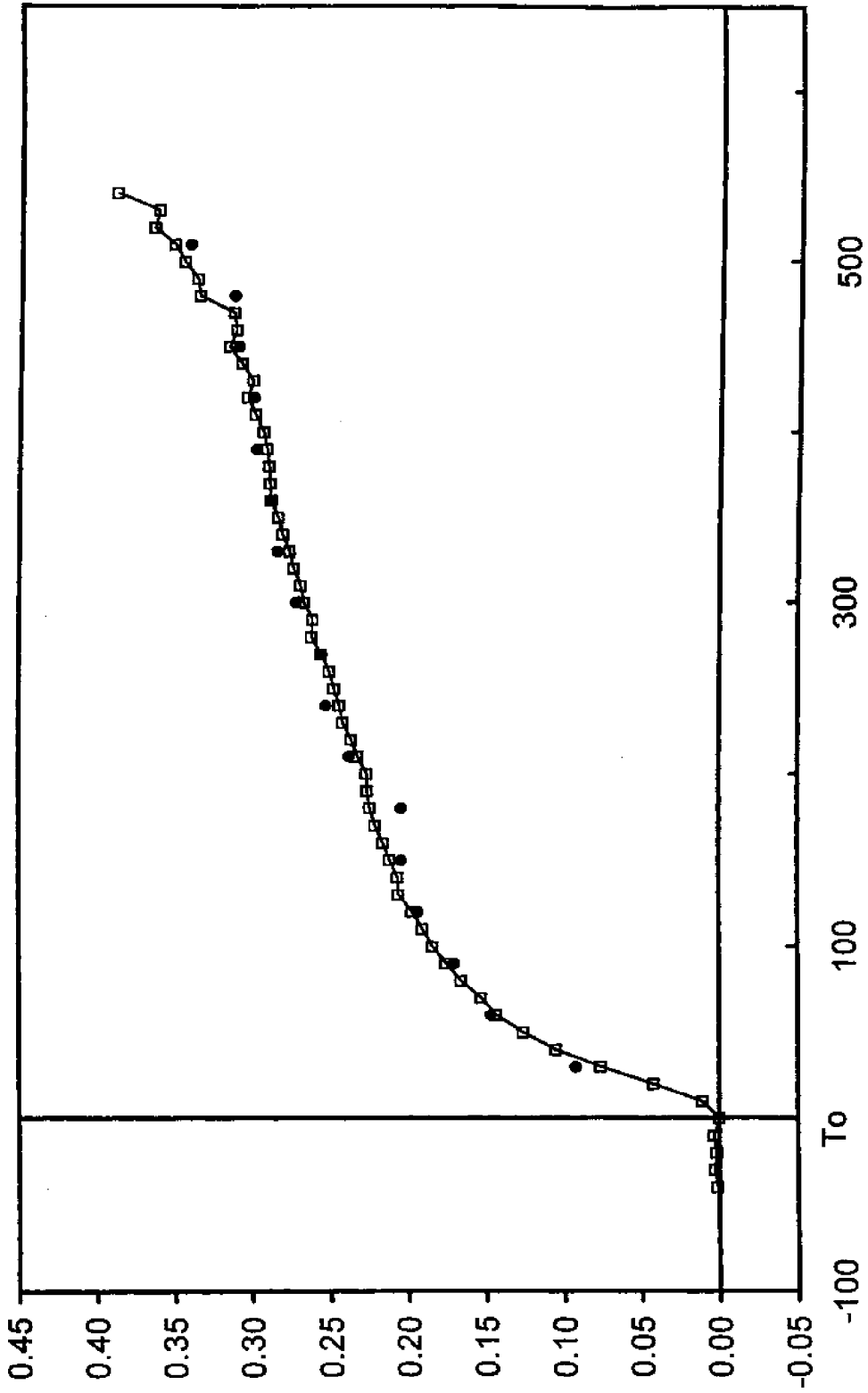
Postupak kontrole kvalitete lateksa polimera vinilskih halogena u tijeku polimerizacije u vodenoj emulziji u kome se emitira zračenje svjetlosti direktno u vodenu emulziju, hvata se i prenosi u spektrofotometar blizu infracrvenom spektru difuzno reflektirana svjetlost s polimernim česticama lateksa u spektralnom opsegu koji se nalazi između 1100 i 2500 nm i mjeri se na specifičnim valnim dužinama vezanim s jednadžbama korelacije specifičnih osobina kontroliranog lateksa.

Uređaj za kontrolu lateksa u reaktoru u tijeku polimerizacije koji sadrži suštinsku sondu mjerenja smještenu u reaktor, optičku vezu spomenute sonde sa spektrofotometrom bliskim infracrvenom spektru koji je snabdjeven sredstvima za emitiranje svjetlosti i za hvatanje difuzno reflektiranje svjetlosti i računarom koji ima memoriju jednadžbi korelacije.

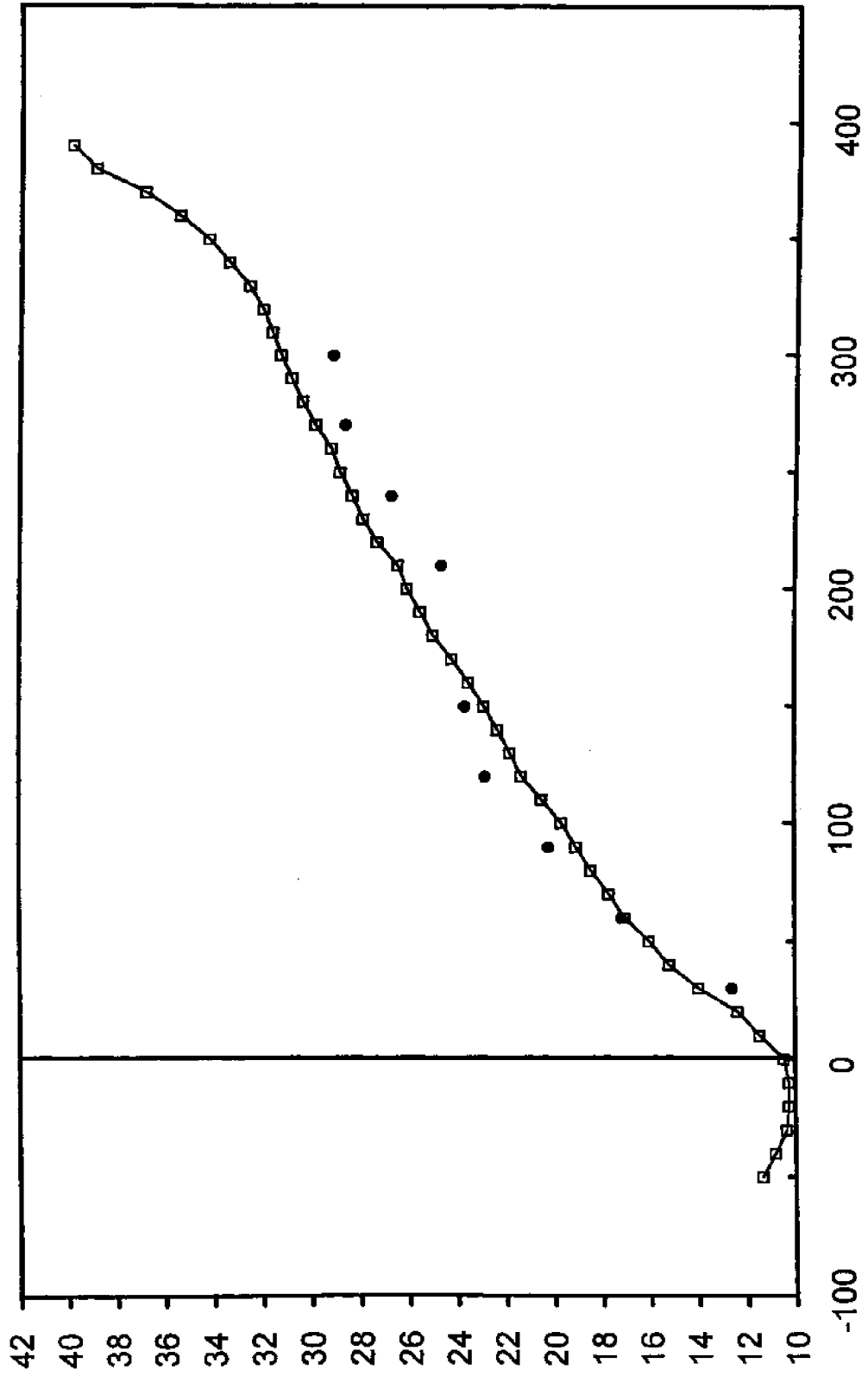
Sl. 1



SI. 2



SI. 3



SI. 4

