



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK  
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

# PATENTSCHRIFT 142192

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11)	142 192	(44)	11.06.80	Int. Cl. <sup>3</sup>	3(51)	C 08 F 4/38
(21)	WP C 08 F / 211 332	(22)	02.03.79			

- 
- (71) VEB Chemische Werke Buna, Schkopau, DD
- (72) Mohr, Karl-Heinz, Dr. Dipl.-Chem.; Noßke, Lutz, Dr. Dipl.-Chem.; Musche, Dieter, Dr. Dipl.-Chem., DD
- (73) siehe (72)
- (74) Gerhard Henke, Kombinat VEB Chemische Werke Buna, 4212 Schkopau
- 

(54) Verfahren zur Herstellung von Initiator dispersionen

---

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung stabiler und förderbarer wäßriger Dispersionen fester peroxidischer Initiatoren für die Polymerisation ungesättigter organischer Verbindungen vorwiegend für die Polymerisation von Vinylchlorid. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, die Dispergierung des festen Initiators in Wasser so durchzuführen, daß keine die Aktivität des Initiators negativ beeinflussenden Temperaturspitzen bei der Dispergierung auftreten. Die Herstellung der Dispersion erfolgt, indem der in Wasser in Gegenwart eines Dispergators vorgemischte feste Initiator unter Kühlung mittels Ultraschall, bei einer Ultraschallfrequenz oberhalb der Kavitationsschwelle, homogenisiert wird. Die so hergestellten Initiator dispersionen sind lagerstabil und förderfähig. Sie können leicht in unter Druck stehende Polymerisationskessel mit Dosierpumpen gefördert werden.

211332-1-

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung von Initiator dispersionen .

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung stabiler Dispersionen fester Peroxide im wäßrigen Medium, die zur Polymerisation ungesättigter organischer Verbindungen verwendet werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Peroxide mit einer niedrigen Zahl an Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, die als Initiatoren Verwendung finden, werden meist in Form ihrer Lösungen in geeigneten organischen Lösungsmitteln eingesetzt, wodurch eine gefahrlose Lagerung und ihre Förderfähigkeit erreicht wird.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, feste peroxidische Initiatoren in Gegenwart eines Dispergators so in Wasser zu verteilen, daß eine stabile und förderbare Initiator-dispersion ohne merkliche Aktivitätsverluste des Peroxides entsteht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

- Die technische Aufgabe, die durch die Erfindung gelöst wird -

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Dispergierung eines festen Peroxides im wäßrigen Medium in Gegenwart eines Dispergators oder einer Dispergatorkombination so durchzuführen, daß bei einmaligem Durchgang durch die Dispergiereinrichtung mit geringem energetischen Aufwand und unter Vermeidung von Aktivitätsverlusten des Peroxides eine förderfähige Dispersion entsteht, die mindestens eine Woche lang ohne Aufrahmung gelagert werden kann.

- Merkmale der Erfindung -

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem ein in Wasser in Gegenwart eines Dispergators vorgemischter

fester Initiator ohne Anwendung von Druck unter Kühlung mittels Ultraschall, bei einer Ultraschallfrequenz oberhalb der Kavitationsschwelle, homogenisiert wird.

#### Ausführungsbeispiele

Die Erfindung soll an zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden:

##### Beispiel 1

Eine Aufschlammung von 19 Ma% Dilauroylperoxid mit einem Gehalt an aktivem Peroxid von 87 % wurde mit 2,2 Ma% Na-Lauroylsulfonat in Wasser unter Kühlung bei 15° C durch eine Dispergiereinrichtung geschickt. Die Dispergiereinrichtung besteht aus einem thermostatiertem Beschallungsgefäß, in dem das zu homogenisierende Gemisch entweder diskontinuierlich homogenisiert wird oder das Beschallungsgefäß kontinuierlich durchströmt. In das Beschallungsgefäß ragt ein mechanischer Schwinger, der über einen Wandler mit einem regelbaren Hochfrequenzgenerator verbunden ist. Bei einer Beschallung mit einer Intensität des Ultraschallschwingers von 26 kHz wurde eine Dispersion erhalten, die einen unveränderten Gehalt an aktivem Peroxid aufwies und über 10 Tage ohne Aufrahmung gelagert werden konnte. Der unter dem Mikroskop ermittelte maximale Durchmesser der Peroxidteilchen lag unter 1  $\mu$ m.

##### Beispiel 2

Eine Aufschlammung von 21 Ma% Dicetylperoxidicarbonat mit einem Gehalt an aktivem Peroxid von 85 % wurde mit 2 Ma% äthoxyliertem Phenol (ca. 10 Äthylenoxidgruppen)

in Wasser aufgeschlämmt und mit konstanter Strömungsgeschwindigkeit durch die in Beispiel 1 beschriebene Dispersiereinrichtung bei einer Ultraschallfrequenz von 30 kHz vorbeigeführt. Bei einer Strömungsgeschwindigkeit der Mischung von 6,8 l/h, das entspricht einer Verweilzeit von 9,1 sec., wurde ein maximaler Teilchendurchmesser des Peroxides von  $0,98\mu\text{m}$  erhalten. Bei Absenkung der Verweilzeit auf 3,3 sec. erhöhte sich der maximale Teilchendurchmesser auf  $1,3\mu\text{m}$ . Auch diese Dispersion war nach einer Zeit von 10 Tagen noch nicht aufgerahmt. Die Steigerung des Durchsatzes auf 35 l/h enthielt die Dispersion Peroxidteilchen mit einem maximalen Durchmesser von  $4,08\mu\text{m}$ . Bei dieser Dispersion fand schon nach einigen Stunden eine merkliche Phasentrennung statt.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von lagerstabilen wäßrigen Dispersionen fester peroxidischer Initiatoren mit unverändertem Gehalt an aktivem Peroxid für die Polymerisation ungesättigter organischer Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß der in Wasser in Gegenwart eines Dispergators vorgemischte feste Initiator unter Kühlung mittels Ultraschall, bei einer Ultraschallfrequenz oberhalb der Kavitationsschwelle, homogenisiert wird.