

In-line Partikelgrößenbestimmung im industriellen Prozeßeinsatz bei heterogener Polymerisation



Jan-Christian Peinert



Manfred Puckhaber

Einleitung

Emulsions- und Suspensionspolymerisation sind im technischen Bereich weitverbreitete Methoden zur Produktion von synthetischen Polymeren. Obwohl diese heterogenen Polymerisationen seit Jahrzehnten großtechnisch durchgeführt werden, besteht im Bereich der Untersu-

chung des Polymerisationsprozesses aufgrund von offenen Einzelfragen zum Teilchenbildungsprozess ein großes Interesse an weiterführenden Methoden zur Meßtechnik und Prozeßsteuerung.

Herausforderung on-line Überwachung

Bisher waren die Produkteigenschaften des synthetisierten Polymers auf der Basis der Rezeptur – z. B. die Partikelgrößenverteilung – nicht bzw. nur schwer vorhersagbar. Optische Methoden zur Kontrolle der Partikelgrößenverteilung können während des Prozessablaufs aufgrund der mangelnden Eindringtiefe keine zufriedenstellenden Ergebnisse liefern.

Im Labormaßstab bei hochverdünnten Suspensionen läßt sich die Polymerisation über die Aufnahme von Fluoreszenzspektren noch verfolgen. Für die Kontrolle im industriellen Maßstab ist je-

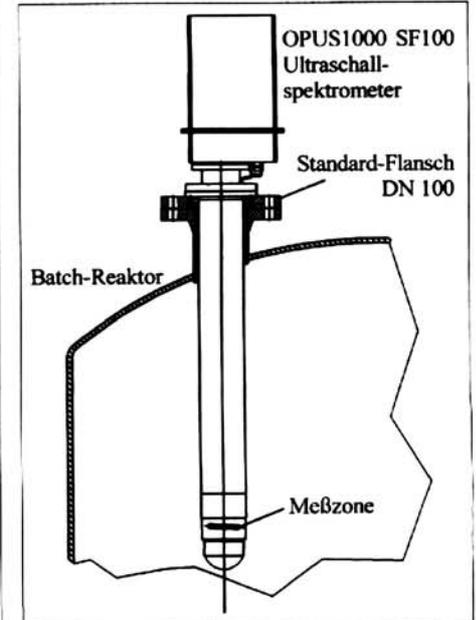


Abb. 1: Sympatec OPUS in Meßposition im Batch-Reaktor

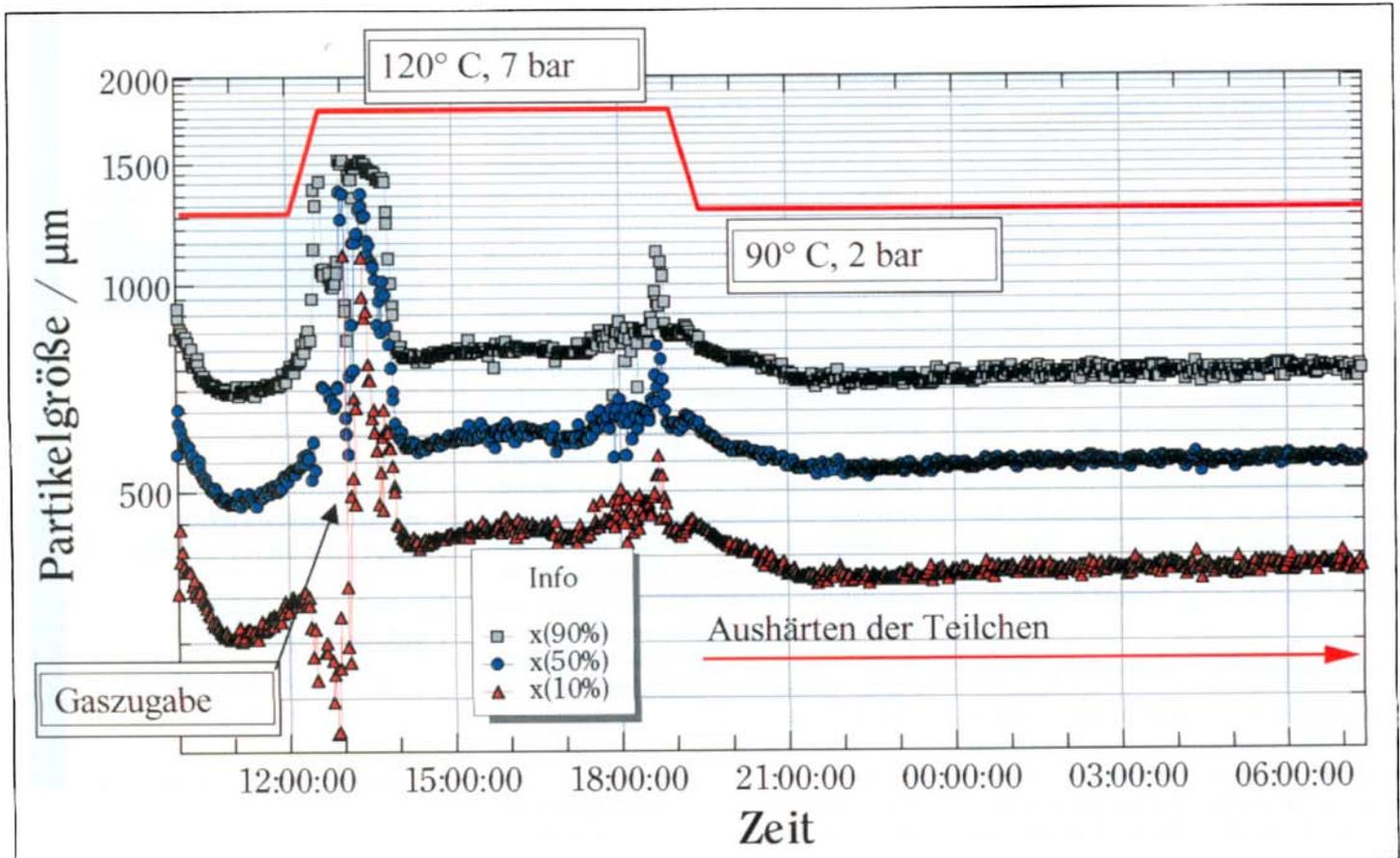


Abb. 2: Partikelgrößenverlauf in einem typ. Suspensionspolymerisationsprozeß

doch i.d.R. die Monomerkonzentration zu hoch. Auch eine Analyse entnommener Proben liefert wegen des zeitlichen Abstands, vor allem aber aufgrund von Verdünnung, Druck- und Temperaturabweichungen zum Prozeß wenig nutzbringende Informationen.

Ultraschallextinktion wird erst seit wenigen Jahren als Methode zur Partikelanalyse genutzt [1]. Die Vorteile bei der Polymerisationsüberwachung sind die Einsetzbarkeit auch bei hohen Konzentrationen und die simultane Erfassung von Tröpfchen und Feststoffpartikeln. Der Phasenübergang von Fluid zu Feststoffpartikel ist damit unmittelbar zu verfolgen. Dazu liefert das Meßsystem nicht nur die kontinuierliche Partikelgrößenanalyse z. B. im Reaktor, sondern ermöglicht auch einen Eingriff in die physikalisch relevanten Prozeßparameter noch während der Polymerisation, direkt über eine speicherprogrammierbare Steuerung (SPS) oder indirekt durch den Benutzer [2].

Polystyrolproduktion

Eine typische Installation in einem Batch-Reaktor (Abb. 1). Als Vorlage wird hier die Suspension Styrol/Wasser durch Rühren

in die gewünschte Tröpfchengrößenkonstellation gebracht. Die Kontrolle der eingestellten Tröpfchengröße des Monomers zu Beginn der Polymerisation hat für die Partikelgröße des Polymerprodukts eine entscheidende Bedeutung. Aber auch während der Polymerisation kann noch in den Prozeß – beispielsweise durch Druck- oder Temperaturänderung – eingegriffen werden, um bestimmte Produktspezifikationen zu erreichen. Das im vorliegenden Fall eingesetzte Meßsystem OPUS der Firma Sympatec, Clausthal-Zellerfeld, erlaubt Prozeßdruck bis 40 °C, Volumenkonzentrationen bis 70 % und einen Partikelgrößenmeßbereich zwischen 0,01 µm und 3000 µm.

Die Partikelgrößenverteilung ist während des gesamten Prozesses in drei charakteristischen Werten aufgetragen (Abb. 2). Die Einstellung der Styroltröpfchengröße und die Gaszugabe sind ebenso deutlich zu verfolgen wie das Polymerwachstum (120 °C, 7 bar) und das Schrumpfen beim Aushärten (90 °C, 2 bar). Eine derartige unmittelbare Kontrolle ermöglicht aber nicht nur eine Prozeßoptimierung hinsichtlich der Produktqualität, sondern steigert auch Durchsatz und Effizienz der Anlage.

Literatur

- [1] RIEBEL, U., Die Grundlagen der Partikelgrößenanalyse mittels Ultraschallspektrometrie. Dissertation Karlsruhe (1988)
- [2] GEERS, H., WITT, W., In- and Off-line Ultrasonic Extinction from 0.01 µm up to 3000 µm. PAR-TEC 98, 7th European Symposium Particle Characterization, Preprints, 297-306 (1998)

Die Autoren

Dr. Jan-Christian Peinert

1993 Diplom der Chemie an der TU Clausthal, Promotion 1998 am Institut für Physikalische Chemie bei Prof. J. Fuhrmann, Post-Doc: Polymercoating als Korrosionsschutz bei Magnesium, seit 1999 Mitarbeiter der Sympatec GmbH.

Dipl.-Math. Manfred Puckhaber

Universitätsabschluß: Diplom-Mathematiker, 1998 an der TU Clausthal. Ab 1991 als Teilzeitkraft im Applikationslabor der Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld. Seit Juli 1998 Anstellung im Marketing der Sympatec.

Sympatec GmbH

System-Partikel-Technik

Marketing

Burgstätter Straße 6

D-38678 Clausthal-Zellerfeld

Weitere Informationen über Kenn-Nr. **825**