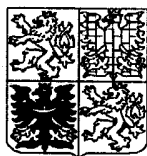


PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

288 971

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1998 - 2265
(22) Přihlášeno: 16.01.1997
(30) Právo přednosti:
18.01.1996 DE 1996/19601699
(40) Zveřejněno: 14.10.1998
(Věstník č. 10/1998)
(47) Uděleno: 08.08.2001
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17.10.2001
(Věstník č. 10/2001)
(86) PCT číslo: PCT/EP97/00171
(87) PCT číslo zveřejnění: WO 97/26295

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:
C 08 J 3/03
C 08 J 3/12
C 04 B 24/26
C 08 L 33/08
C 08 L 33/10
C 08 L 35/00

(73) Majitel patentu:
WACKER-CHEMIE GMBH, München, DE;

(72) Původce vynálezu:
Figge Reiner Dr., Ampfing, DE;
Zeh Harald Dr., Burghausen, DE;
Weissgerber Rudolf Dr., Burghausen, DE;

(74) Zástupce:
Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název vynálezu:

**Redispergovatelná disperzní prášková
kompozice, z ní vyrobitelné vodné polymerní
disperze a jejich použití**

(57) Anotace:

Redispergovatelná disperzní prášková kompozice, obsahuje
a) ve vodě nerozpustný základní polymer s teplotou skelného
přechodu -60 °C až +80 °C ze skupiny homo- a kopolymerů
vinylesterů, esterů kyseliny akrylové, esterů kyseliny
metakrylové, styrenu a vinylchloridu nebo směs uvedených
základních polymerů,

b) 2 až 40 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, ve
vodě rozpustného rozdělovacího ochranného koloidu,

c) 0 až 30 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost
polymerních komponent, prostředku proti tvorbě bloků,
přičemž jako složku b) obsahuje neneutralizované homo- nebo
kopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo
dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů, nebo částečně
neutralizované homopolymery olefinicky nenasycených mono-
nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů, nebo
částečně neutralizované kopolymery olefinicky nenasycených
mono- nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů
s obsahem kyseliny více než 80 % molových v případě
kopolymerů s alkeny se 3 až 12 uhlíkovými atomy nebo
styrenem a obsahem kyseliny 50 až 99 % molových v případě
ostatních kopolymerů, přičemž molekulová hmotnost
uvedeného polymeru je menší nebo rovná 250 000 g/mol,
stanoveno jako hmotnostní průměr a hodnota pH vodné

redisperze přípravku disperzního prášku je nižší než 4,5.
Použití redispergovatelné disperzní práškové kompozice a
vodné polymerní disperze vyrobitelné z disperzní práškové
kompozice jako pojiva v lepidlech, omítkách, barvách.

CZ 288971 B6

Redispergovatelná disperzní prášková kompozice, z ní vyrobitelné vodné polymerní disperze a jejich použití

5 Oblast techniky

Vynález se týká redispergovatelné disperzní práškové kompozice polymeru na bázi směsi ve vodě nerozpustného polymeru tvořícího film a ve vodě rozpustného ochranného rozdělovacího koloidu, který se může změnou pH deaktivovat. Dále se vynález týká vodných polymerních disperzí, které je možné z prášku polymeru vyrobit.

Dosavadní stav techniky

15 Disperzní prášky se používají již řadu let obzvláště v oblasti stavebnictví k zušlechtnění plastickými hmotami hydraulicky pojicích systémů jako v omítkách, barvách a lepicích prostředcích. Přídavkem nebo použitím redispergovatelných prášků plastických hmot v takových systémech se dosahuje podstatného zlepšení vlastností jako přilnavost, odolnost proti otěru, odolnost proti vrypu a pevnost v tahu při ohybu. Velkou výhodou disperzních prášků oproti
20 stejně alternativně použitelným kapalným disperzím polymeru je mezi jiným vysoká stálost při skladování bez přísad konzervačních prostředků a odolnost suchých práškovitých směsí proti mrazu.

Dosud známé disperzní prášky obsahují ve vodě rozpustné ochranné rozdělovací koloidy, které se k zasychajícím disperzím polymeru přidávají zpravidla před sušením rozprašováním a které mají zabránit tvorbě filmu základního polymeru, který je podstatou disperzního prášku, příkladně během procesu sušení a mají umožnit redispergaci prášku polymeru ve vodě.

Převážně se jako ochranné koloidy používají polyvinylalkoholy. Příklady pro ně jsou popsány příkladně v EP-A 149 098 (US-A 4 859 751). Disperzní prášky, které jako ochranné rozdělovací koloidy obsahují ve vodě rozpustné soli kondenzátorů kyseliny fenolsulfonové – formyldehyd, jsou známé z EP-A 407 889 (US-A 5 225 478). Použití přírodních látek jako ochranných rozdělovacích koloidů, jako jsou dextryny nebo ethery škrobu a použití disperzních prášků tohoto druhu v lepidlech a hydraulicky vytvrzovaných pojivech je známo z EP-A 134 451.
35 EP-A 467 103 (US-A 5 342 897) popisují výrobu disperzních prášků rozstříkovacím sušením disperzí polymerů, které obsahují ve vodě rozpustné kopolymery nenasycených kyselin nebo jejich anhydridy a alkeny nebo styren.

Uvedené, ve vodě rozpustné ochranné koloidy zabraňují předčasné tvorbě filmu polymeru během sušení disperze a umožňují redispergaci (to znamená dalekosáhlý rozpad na primární částice základní disperze) suchého polymerního prášku ve vodě. Při mnoha použitích však působí ochranné koloidy použité ve známých disperzních prášcích negativně na vlastnosti produktu. Na základě charakteru ochranného koloidu ve vodě rozpustných rozdělovacích pomocných prostředků se může příkladně projevit při použití dříve uvedených disperzních prášků jako pojiv
45 v lepidlech, jejichž lepivost je v důsledku podílů ochranného rozdělovacího koloidu negativně ovlivněna, případně zcela vymizí.

V nátěrových barvách a omítkách mohou ve vodě rozpustné rozdělovací ochranné koloidy silně negativně ovlivnit odolnost proti vodě.

50

Vynález si proto klade za úkol dát k dispozici ve vodě redispergovatelnou disperzní kompozici, u které se může účinek použitého ochranného rozdělovacího koloidu při použití cíleně odstraňovat.

Podstata vynálezu

5 Nyní bylo překvapivě objeveno, že tento úkol je možné řešit použitím nízkomolekulárních, ve vodě rozpustných polymerů na bázi kyseliny akrylové, metakrylové nebo maleinové, případně jejího anhydridu, jako rozdělovacích ochranných koloidů.

Předmětem vynálezu je redispergovatelná disperzní prášková kompozice, obsahující

- 10 a) ve vodě nerozpustný základní polymer tvořící film s teplotou skelného přechodu $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $+80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ze skupiny homo- a kopolymerů vinylesterů, esterů kyseliny akrylové, esterů kyseliny metakrylové, styrenu a vinylchloridu nebo směs uvedených základních polymerů,
- 15 b) 2 až 40 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, ve vodě rozpustného rozdělovacího ochranného koloidu,
- c) 0 až 30 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost polymerních komponent, prostředku proti tvorbě bloků,

20 přičemž jako složku b) obsahuje neneutralizované homo- nebo kopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů, nebo částečně neutralizované homopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů, nebo částečně neutralizované kopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů s obsahem kyseliny více než 80 %

25 molových v případě kopolymerů s alkeny se 3 až 12 uhlíkovými atomy nebo styrenem a obsahem kyseliny 50 až 99 % molových v případě ostatních kopolymerů, přičemž molekulová hmotnost uvedeného polymeru je menší nebo rovná 250 000 g/mol, stanoveno jako hmotnostní průměr a hodnota pH vodné redisperze přípravku disperzního prášku je nižší než 4,5.

30 Vinylestery homo- nebo kopolymerů vhodné jako složka a) obsahují jednu nebo několik monomerních jednotek ze skupiny vinylesterů nerozvětvených nebo rozvětvených karboxylových kyselin s 1 až 18 uhlíkovými atomy. Vhodnými polymery esterů kyseliny (met)akrylové jsou homo- a kopolymery kyseliny akrylové a metakrylové s nerozvětvenými nebo rozvětvenými alkoholy s 1 až 18 uhlíkovými atomy.

35 Výhodnými vinylestery jsou vinylacetát, vinylpropionát, vinylbutyrát, vinyl-2-ethylhexanoát, vinylaurát, 1-methylvinylacetát, vinylpivalát a vinylestery α -rozvětvených monokarboxylových kyselin s 5 nebo 9 až 10 uhlíkovými atomy, označované VV5^R, VeoVa9^R nebo VeoVa10^R. Obzvláště výhodný je vinylacetát.

40 Výhodnými estery kyseliny metakrylové nebo kyseliny akrylové jsou methylakrylát, methylmetakrylát, ethylakrylát, ethylmetakrylát, propylakrylát, propylmetakrylát, n-butylakrylát, n-butylmetakrylát, iso-butylakrylát, iso-butylmetakrylát, t-butylakrylát, t-butylmetakrylát, 2-ethylhexylakrylát, 2-ethylhexylmetakrylát. Obzvláště výhodné jsou methylakrylát, methylmetakrylát, n-butylakrylát a 2-ethylhexylakrylát.

45

Příklady vhodných vinylesterových polymerů jsou:

50 vinylesterové homopolymery jako homopolymer vinylacetátu; kopolymery vinylester-ethylen jako kopolymery vinylacetátethylen s obsahem ethylenu 1 až 60 % hmotnostních;

kopolymery vinylester-ethylen-vinylchlorid jako kopolymer vinylacetát-ethylen-vinylchlorid s obsahem ethylenu 1 až 40 % hmotnostních a obsahem vinylchloridu 20 až 80 % hmotnostních;

kopolymery vinylacetátu s 1 až 50 % hmotnostních jednoho nebo několika kopolymerovatelných vinylesterů jako je vinylaurát, vinylpivalát, ester kyseliny vinyl-2-ethylhexanové, vinylester karboxylové kyseliny rozvětvené v α -poloze, obzvláště vinylester kyseliny versatikové (Veova9^R, Veova10^R), které případně obsahují ještě 1 až 40 % hmotnostních ethylenu;

5

kopolymery vinylester-ester kyseliny akrylové se 30 až 90 % hmotnostních vinylesteru, obzvláště vinylacetátu, a 1 až 60 % hmotnostních esteru kyseliny akrylové, obzvláště n-butylakrylátu nebo 2-ethylhexylakrylátu, které ještě případně obsahují 1 až 40 % hmotnostních ethylenu;

10

kopolymery vinylester-ester kyseliny akrylové se 30 až 75 % hmotnostních vinylacetátu, 1 až 30 % hmotnostních vinylaurátu nebo vinylesteru α -rozvětvené karboxylové kyseliny, obzvláště vinylesteru kyseliny versatikové, 1 až 30 % hmotnostních esteru kyseliny akrylové, obzvláště n-butylakrylátu nebo 2-ethylhexylakrylát, které případně ještě mohou obsahovat 1 až 40 % hmotnostních ethylenu;

15

kopolymery vinylesteru s estery kyseliny maleinové nebo fumarové jako diisopropyl-, di-n-butyl-, di-t-butyl-, di-ethylhexyl-, methyl-t-butylester, příkladně kopolymery vinylacetátu s 10 až 60 % hmotnostních jednoho nebo několika uvedených esterů kyseliny maleinové/fumarové, které případně obsahují ještě ethylen nebo další kopolymerovatelné vinylestery jako vinylaurát nebo vinylester kyseliny versatikové.

20

Příklady vhodných polymerů kyseliny (met)akrylové jsou:

25

homopolymery n-butylakrylátu nebo 2-ethylhexylakrylátu;

kopolymery se 35 až 65 % hmotnostních methylmetakrylátu, 65 až 35 % hmotnostních n-butylakrylátu a/nebo 2-ethylhexylakrylátu.

30

Příklady vinylchloridových polymerů jsou vedle výše uvedených kopolymerů vinyl-ester/vinylchlorid kopolymery vinylchlorid-ethylen.

35

Příklady styrenových polymerů jsou kopolymery styrenbutadien a kopolymery styren-estery kyseliny akrylové jako styren-butylakrylát nebo styren-2-ethylhexylakrylát s obsahem styrenu vždy 1 až 70 % hmotnostních.

40

Jmenované polymery případně ještě obsahují 0,05 až 30,0 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 15 % hmotnostních, vždy vztaheno na celkovou hmotnost polymeru, jednu nebo několik pomocných monomerních jednotek ke zlepšení rozpustnosti ve vodě, k zesílení nebo k modifikaci přilnavosti.

45

Vhodnými pomocnými monomery ke zlepšení rozpustnosti ve vodě jsou příkladně α,β -monoethylenicky nenasycené mono- a dikarboxylové kyseliny a jejich amidy, jako kyseliny akrylová, metakrylová, melainová, fumarová, akrylamid, metaakrylamid, ethylenicky nenasycené sulfonové kyseliny případně jejich soli, s výhodou kyselina vinylsulfonová, 2-akrylamido-

55

propansulfonát a/nebo N-vinylpyrrolidon.

Monomerní jednotky způsobující zesílení jsou s výhodou v polymeru obsaženy v množství 0,5 až 5,0 % hmotnostních, vztaheno na celkovou hmotnost polymeru. Příklady jsou zde N-methylolakrylamid, N-methylolmetakrylamid; N-(alkoxymethyl)amidy nebo N-(alkoxymethyl)metakrylamidy s jedním lkylovým zbytkem s 1 až 6 uhlíkovými atomy, jako N-(isobutoxymethyl)-akrylamid (IBMA), N-(isobutoxymethyl)-metakrylamid (IBMMA), N-(n-butoxymethyl)-akrylamid (NBMA), N-(n-butoxymethyl)-metaakrylamid (NBMMA); vícenásobně ethylenicky nenasycené komonomery jako ethylenglykoldiakrylát, 1,3-butylenglykoldiakrylát, 1,4-butylglykoldiakrylát, propylenglykoldiakrylát, divinyladipát, divinylbenzen, vinylmetakrylát, vinylakrylát, allyl-

metakrylát, allylakrylát, diallylmaleát, diallylfthalát, diallylfumarát, methylenbisakrylamid, cyklopentadienylakrylát nebo triallylkyanurát.

5 Vhodné komonomerní jednotky k modifikaci přilnavosti jsou příkladně hydroxyalkylestery kyseliny metakrylové a kyseliny akrylové jako hydroxyethyl-, hydroxypropyl- nebo hydroxybutylakrylát nebo metakrylát a rovněž sloučeniny jako diacetnakrylamid a acetylacetoxyethylakrylát nebo metaakrylát.

10 Výroba uvedených, radikálově polymerovatelných ve vodě nerozpustných polymerů se provádí s výhodou způsobem emulzní polymerace v teplotním rozmezí od 0 do 100 °C a iniciuje se ve vodě rozpustnými látkami uvolňujícími radikály, obvykle používanými pro emulzní polymerace. Jako dispergační prostředky se mohou nasadit všechny emulgátory obvykle používané pro emulzní polymerace. Polymerace se provádí při pH s výhodou 2 až 7. Před sušením se disperze s výhodou upraví na obsah pevné látky 20 až 65 %.

15 Jako složka b) se s výhodou použije homo- nebo kopolymer kyseliny akrylové, metakrylové nebo (anhydrid) kyseliny maleinové, obzvláště kyselina polyakrylová nebo polymetakrylová. Výhodné jsou dále kopolymery s jednotkami kyseliny akrylové, metakrylové nebo (anhydridu) kyseliny maleinové a jednotky s nimi kopolymerovatelných monomerů, obzvláště s uplatněním požadavku, aby podíl kyseliny v těchto kopolymerech činil více jak 80 % molových. Příklady kopolymerovatelných monomerů jsou alkeny jako ethylen, propylen, vinylaromáty jako styren, estery kyseliny akrylové jako butylakrylát, estery kyseliny metakrylové jako methylmetakrylát, alkylnylethery jako methylvinylether, metakrylamid a akrylamid. Výhodnými komonomery jsou estery kyseliny (met)akrylové, alkylnylethery a (met)akrylamid. Příklady výhodných kopolymerů jsou kopolymery kyselina maleinová/methylvinylether, kyselina metakrylová/methylmetaakrylát a kyselina metakrylová/akrylamid. Mohou se použít také směsi uvedených homo- a kopolymerů.

30 Molekulové hmotnosti uvedených polymerů činí $\leq 250\,000$ g/mol, s výhodou $\leq 150\,000$; obzvláště výhodně činí molekulová hmotnost 5000 až 50 000 g/mol, stanoveno jako střed hmotnosti, příkladně pomocí gelové permeační chromatografie.

35 Polymery popsané jako složka b) se obvykle vyrábějí způsoby odborníkům známými, příkladně roztokovou polymerací nebo polymerací ve hmotě. Často jsou také tyto polymery k dostání v obchodě.

Podíl složky b) v přípravku disperzního prášku činí s výhodou od 2 do 40 % hmotnostních, obzvláště výhodně 5 až 25 % hmotnostních, vztaheno na základní polymer.

40 Příklady antiblokačních prostředků (složka c) jsou jemně umleté křemičitany hliníku, křemelina, pyrogeně vyráběný oxid křemičitý, srážená kyselina křemičitá, koloidní silikagel, mikro-silika, kaolin, infuzoriová hlinka, uhličitan vápenatý a hydrokřemičitany hořčíku. Podíl antiblokačních prostředků činí s výhodou 4 až 20 % hmotnostních, vztaheno na celkovou hmotnost polymerních součástí.

45 Přípravek disperzního prášku může podle požadované oblasti použití obsahovat případně ještě další přísady.

50 Pro použití jako lepidlo může přípravek disperzního prášku s výhodou obsahovat ještě až do 100 % hmotnostních, vždy vztaheno na základní polymer, lepivých látek jako kalafuna, dimerovaná kalafuna, hydrogenovaná kalafuna a/nebo estery jmenovaných typů kalafuny; polyterpenové pryskyřice, kumaron-indenové pryskyřice, terpen-fenolové pryskyřice, uhlovodíkové pryskyřice, případně v kombinaci s vysokovroucími látkami jako příkladně butyldiglykolacetát, butyldiglykol, propylenglykolethery nebo propylenglykolestery; změkčovadla

jako estery kyseliny ftalové, estery kyseliny sebakové, estery kyseliny adipové. Výhodné jsou uvedené druhy kalafuny a jejich estery a butyldiglykolacetát a (2-hydroxyethyl)fenylether.

5 Případně může být obsaženo ještě 0,5 až 20 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 10 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, hydrofobizačního prostředku, příkladně na bázi polysiloxanů nebo kovových mýdel.

10 Dále může být obsaženo ještě 0,1 až 2,0 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, povrchově aktivních látek jako emulgátory nebo smáčedla. Příklady zde jsou anionické a neanionické tenzidy.

15 Případně může být obsaženo ještě 0,5 až 15 % hmotnostních, s výhodou 0,5 až 10 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, zahušťovadel příkladně na bázi vysokomolekulárních polyakrylových kyselin.

Dalším příkladem pro obvyklé přísady jsou odpeňovací činidla, které se případně mohou používat v množství 0,05 až 2,0 % hmotnostních, s výhodou 0,05 až 1,0 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer.

20 V jedné výhodné formě provedení jsou v přípravcích disperzních prášků podle vynálezu obsaženy ještě neutralizační prostředky. S výhodou se neutralizační prostředky k prášku přimísí po sušení, případně v kombinaci s dalšími práškovitými přísadami. Množství přidávaného neutralizačního prostředku se řídí podle daného přípravku disperzního prášku. Vhodné jsou obvyklé anorganické báze; Příklady pro ne jsou hydroxid sodný, hydroxid draselný, hydroxid vápenatý.

30 Pro použití ve stavebních hmotách může být ještě obsaženo 1,0 až 30 % hmotnostních, s výhodou 1,0 až 15 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, látek zlepšujících tekutost cementu; příkladně kopolymery styrenanhydrid kyseliny maleinové, kondenzační produkty obsahující sulfonátové skupiny z melaminu nebo ketonu a formaldehydu a/nebo kyseliny naftalen-sulfonové-formaldehydu a/nebo kondenzační produkty fenolsulfonát-formaldehyd.

35 K výrobě přípravku disperzního prášku se použije základní polymer a) jako vodná disperze. K této disperzi se přidá rozdělovací ochranný koloid b) s výhodou ve formě vodného roztoku a promíchá se. Tyto postupy mísení mohou probíhat v libovolném pořadí, důležité je pouze, aby vznikla homogenní disperzní směs. Případně použitá zahušťovadla, povrchově aktivní látky, hydrofobizační prostředky, odpeňovadla a případně další přísady se s výhodou přidávají k vodné směsi před sušením. Pokud je žádoucí použití lepidelných látek, potom se tyto s výhodou přidávají jako první složka disperze základního polymeru. Lepivá látka se přitom může přidat v roztoku, jako substance (jako pevná látka nebo kapalina), jako tavenina, nebo jako vodná emulze/disperze. Při použití lepidelné látky v substanci je třeba dbát na dostatečné promísení při zapracování do disperze základního polymeru.

45 Při přidání rozdělovacího ochranného koloidu b) s podílem kyseliny více jak 80% molových je v rozdělované směsi obecně pH pod 4,5 a tak je zaručeno, že rozdělovací ochranný koloid je v neneutralizované nebo částečně neutralizované formě a vznikají redispergovatelné systémy. Případně se musí pH směsi před rozdělením odpovídajícím způsobem upravit. Příkladně se může vhodné pH snadno určit přezkoušením redispergovatelnosti vysušeného filmu z vodné směsi základního polymeru s rozdělovacím ochranným koloidem při rozdílném pH.

50 Po smíchání složek se disperze vysuší, s výhodou se vysuší v rozstříkovací sušárně nebo se vymrazí, obzvláště výhodně se vysuší v rozstříkovací sušárně. V tomto případě se mohou používat známá zařízení, jako příkladně rozstříkování víceúčelovými tryskami nebo kotoučem v případě vyhřátém proudu suchého plynu. Obecně se jako suchý plyn použije vzduch, dusík, nebo vzduch obohacený dusíkem, přičemž teplota suchého plynu obecně nepřekročí 250 °C.

Optimální teplota suchého plynu se může zjistit několika málo pokusy; často se obzvláště osvědčila teplota suchého plynu nad 60 °C.

- 5 Ke zvýšení teploty skladování, příkladně k zabránění spékání a vzniku bloků a/nebo ke zlepšení sypkosti prášku se může prášek opatřit prostředkem proti vzniku bloků. To se s výhodou provádí ještě pokud je prášek jemně rozdělen, příkladně ještě je suspendován v suchém plynu. Obzvláště se prostředek k zabránění vzniku bloků dávkuje do sušícího zařízení odděleně, ale zároveň s disperzí.
- 10 Pokud má přípravek disperzního prášku obsahovat jeden nebo několik neutralizačních prostředků, pak se tyto prostředky s výhodou přidávají k disperznímu prášku v pevné formě. Neutralizační prostředky se ale mohou dávkovat do sušícího zařízení také odděleně ale zároveň s disperzí. Pro tuto variantu způsobu se obzvláště osvědčilo zařízení pro sušení rozstříkáváním.
- 15 Přípravky disperzních prášků se jako takové mohou používat v dále popsanych aplikacích. Obvykle se přípravek disperzního prášku použije v suchých směsích, které se před použitím rozmíchají s vodou. Dále se může přípravek disperzního prášku nejprve redispergovat ve vodě a následně se ve formě redisperze modifikovat dalšími aditivy.
- 20 Na základě nárokované složky b) rozdělovacího ochranného koloidu se mohou pomocí neutralizace složky c) získat disperze s dezaktivovaným ochranným koloidem. Neutralizace se přitom může provádět tak, že se přípravek disperzního prášku, který již obsahuje odpovídající množství neutralizačního prostředku a je s výhodou ve formě suché směsi připravené k použití redisperguje ve vodě, přičemž množství neutralizačního prostředku v prášku se stanoví tak, aby se při redispergaci nastavila požadovaná hodnota pH. Další možnost spočívá v tom, že se
- 25 přípravek disperzního prášku, který není modifikovaný neutralizačním prostředkem, nebo suchá směs redispergují případně dispergují ve vodě a požadovaná hodnota pH se nastaví dodatečným přídavkem neutralizačního prostředku, jako příklady hydroxidu sodného, hydroxidu draselného nebo hydroxidu vápenatého. Pro určitá použití, jako příkladně lepidla pro podlahové krytiny, není
- 30 případně nutné dezaktivaci ochranného koloidu neutralizací provádět.

Dalším předmětem vynálezu jsou proto vodné disperze polymeru, s výhodou s hodnotou pH 5 až 10, které se získají redispergací výše uvedených přípravků disperzních prášků nebo suchých směsí s výše uvedenými přípravky disperzních prášků ve vodě, případně s nastavením pH

35 hodnoty. Obsah pevné látky v disperzi závisí na zamýšleném použití a činí obecně 10 až 80 %.

Přípravky disperzních prášků podle vynálezu a vodné disperze, které se z nich mohou připravit jsou vhodné zejména k použití v přípravcích na lepení, obzvláště v lepidlech citlivých na tlak a lepidlech na podlahové krytiny. Dále jsou prášky a disperze vhodné jako pojivo do omítek,

40 barev a povlakových materiálů (příkladně těsnicí tmely), jako pojivo ve sěrkových hmotách bez cementu a s obsahem cementu, jako stavební lepidlo a také jako pojivo pro lepidla nebo povlaky v oblasti textilu.

Na rozdíl od disperzních prášků nebo vodných disperzí, které se z nich mohou připravit a které

45 neobsahují nedeaktivovatelné ochranné koloidy, je možné se systémy podle vynálezu vyrobit přípravky, ve kterých výhodné vlastnosti základního polymeru, týkající se příkladně lepivosti (Tack), odolnosti proti vodě, mechanické pevnosti, nejsou zcela nebo částečně kompenzovány negativním vlivem rozdělovacího ochranného koloidu, avšak plně se uplatní. Překvapivě jsou tak dostupná práškovitá lepidla nebo disperzní lepidla, které i bez přídavku lepidlivé látky vykazují

50 lepivost požadovanou pro lepidla citlivá na tlak.

Následující příklady slouží k dalšímu vysvětlení vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Použité látky:

5 Disperze DI-1:

10 Vodné disperze stabilizované emulgátorem s obsahem pevné látky 60 % na bázi kopolymerů vinylacetát-ethylen-ethylhexylakrylát s obsahem 2-ethylhexylakrylátu 48 % hmotnostních, obsahem vinylacetátu 36 % hmotnostních a obsahem ethylenu 16 % hmotnostních fy Wacker-Chemie GmbH.

Disperze DI-2:

15 Vodné disperze stabilizované emulgátorem s obsahem pevné látky 61 % na bázi kopolymerů vinylacetát-ethylen s obsahem ethylenu 45 % hmotnostních a s obsahem vinylacetátu 55 % hmotnostních fy Wacker-Chemie GmbH.

Disperze DI-3:

20 Vodné disperze stabilizované emulgátorem s obsahem pevné látky 51% na bázi kopolymerů vinylacetát-ethylen s obsahem ethylenu 12 % hmotnostních a s obsahem vinylacetátu 88 % hmotnostních fy Wacker-Chemie GmbH.

Disperze DI-4:

25 Vodné disperze stabilizované emulgátorem s obsahem pevné látky 60 % na bázi kopolymerů 2-ethylhexylakrylát-vinylacetát s obsahem 2-ethylhexylakrylátu 90 % hmotnostních a s obsahem vinylacetátu 10 % hmotnostních fy Wacker-Chemie GmbH.

30 Rozdělovací ochranný koloid Sokalan-CP13:

Sokalan-CP13 je kyselina polyakrylová s molekulovou hmotností asi 20 000 fy BASF.

Rozdělovací ochranný koloid Versicol-K11:

35 Versicol-K11 je kyselina polymetakrylová s molekulovou hmotností asi 10 000 fy Allied Colloids.

Lepivá látka Tackifier T-1:

40 Tackifier T-1 je směs sestávající z 20 % hmotnostních Plastilit-DS3431, (2-hydroxyethyl)-fenylether fy BASF, a 80 hmotnostních středoamerické balzamové pryskyřice typ Maya fy Willers, Engel & Co.

45

Příklad 1

4000 hmotnostních dílů disperze DI-1, 1 920 hmotnostních dílů Versicol-K11 jako 25 % vodný roztok (20 % na pryskyřici DI-1) a 1 050 hmotnostních dílů vody se důkladně promíchá. 50 Hodnota pH disperze činí 3,4. Směs se pomocí dvoudruhové trysky vysuší rozstříkáním. Jako rozdělovací složka slouží vzduch stlačený na 0,3 MPa; vytvořené kapky se vysuší ve rovnoměrném proudu suchého vzduchu zahřátého na teplotu 120 °C. Získaný suchý prášek se smísí s 10 % hmotnostních v obchodě dostupného antiblokačního prostředku na bázi kaolinu.

Srovnávací příklad 1

Výroba disperzního prášku se provádí podle příkladu 1, hodnota pH násady k rozdělování se však
přídavkem hydroxidu sodného zvýší na 5,2.

5

Příklad 2

2000 hmotnostních dílů disperze DI-1, 1 200 hmotnostních dílů Tackifier T-1 (100 % na
pryskyřici DI-1) se homogenně promíchá. Následně se důkladně promíchá 1 907 hmotnostních
díků Versicol K-11 (20 % na pryskyřici DI-1 a Tackifier T-1) jako 25% vodný roztok a 1000
hmotnostních dílů vody. Hodnoty pH směsi činí 2,8. Směs se pomocí dvoudruhové trysky vysuší
rozstříkovaním. Jako rozdělovací složka slouží vzduch stlačený na 0,3 MPa; vytvořené kapky se
vysuší v rovnoměrném proudu suchého vzduchu zahřátého na teplotu 120 °C. Získaný suchý
prášek se smísí s 10 % hmotnostních v obchodě běžného antiblokačního prostředku na bázi
kaolinu.

15

Srovnávací příklad 2

20 Výroba disperzního prášku se provádí podle příkladu 2, avšak hodnota pH násady k rozdělování
se přídavkem hydroxidu sodného zvýší na 5,6.

Srovnávací příklad 3

25 Postupuje se jako v příkladu 1, avšak místo 1 290 hmotnostních dílů 25 % vodného roztoku
Versicol-K11 se použije pouze 1 440 hmotnostních dílů (15 % na pryskyřici DI-1). Hodnota pH
směsi činí 3,6.

25

30 Příklad 3

4000 hmotnostních dílů disperze DI-4, 1 920 hmotnostních dílů Versicol-K11 jako 25 % vodný
roztok (20 % na pryskyřici DI-4) a 950 hmotnostních dílů vody se důkladně promíchá. Hodnota
pH směsi činí 3,4. Sušení rozstříkovaním se provádí analogicky jako v příkladu 1. Získaný suchý
prášek se smísí s 10 % hmotnostních v obchodě běžného antiblokačního prostředku na bázi
kaolinu.

35

Příklad 4

4000 hmotnostních dílů disperze DI-2, 1 743 hmotnostních dílů Sokalan-CP13 jako 28 % vodný
roztok (20 % na pryskyřici DI-2) a 1 500 hmotnostních dílů vody se důkladně promíchá.
Hodnota pH směsi činí 2,6. Směs se vysuší rozstříkovaním pomocí dvoudruhové trysky. Výroba
disperzního prášku se provádí podle příkladu 1. Nebyl použit antiblokační prostředek.

45

Příklad 5

4000 hmotnostních dílů disperze DI-3 a 729 hmotnostních dílů Sokalan-CP13 jako 28 % vodný
roztok (10 % na pryskyřici DI-3) se důkladně promíchá. Hodnota pH směsi činí 2,2. Výroba
disperzního prášku se provádí podle příkladu 1. Nebyl použit antiblokační prostředek.

50

Příklad 6

Postupuje se jako v příkladu 5, avšak místo 720 hmotnostních dílů 28 % vodného roztoku Sokalan-CP13 se použije 816 hmotnostních dílů 25 % roztoku Versicol-K11 (10 % na pryskyřici DI-3). Hodnota pH směsi činí 2,4.

Zkoušky technické použitelnosti:

Desaktivace rozdělovacího ochranného koloidu:

10

K šetření deaktivace rozdělovacího ochranného koloidu byl zkoumán vliv hodnoty pH disperze určené k rozdělení na redispergovatelnost disperzního prášku, který se z ní získá. K tomu se rozmíchá 50 g daného disperzního prášku v 50 g vody a redispergovatelnost se hodnotí v testu usazování v trubce pomocí cejchované skleněné trubky. Tabulka 1 ukazuje, jak se neutralizací ochranného koloidu tento koloid deaktivuje a jednoduchou změnou pH hodnota se z redispergovatelných systémů stávají neredispergovatelné systémy.

15

Tabulka 1

20

Disperzní prášek	pH rozdělované násady	Redispergace disperzního prášku
Příklad 1	3,4	dobrá
Srovn. příklad 1	5,2	špatná
Příklad 2	2,8	dobrá
Srovn. příklad 2	5,6	špatná
Příklad 4	2,2	velmi dobrá
Srovn. příklad 3	5,3	špatná

Zlepšení aplikačních technických vlastností při deaktivaci rozdělovacího ochranného koloidu:

Ke zkouškám ovlivnění aplikačních technických vlastností deaktivací rozdělovacího ochranného koloidu byl vyšetřován vliv pH hodnoty redisperze na lepivost lepicích filmů z ní vyrobených. Za tím účelem se vmíchá 50 g daného disperzního prášku do 50 g vody a přidávkem hydroxidu sodného se nastaví hodnota pH uvedená v Tabulce 2. Jako srovnání slouží neneutralizované redisperze. Redisperze se nanese na nosnou fólii a vysuší při teplotě 60 °C. Kvalitativně se hodnotí lepivost filmu. Tabulka 2 ukazuje, jak se neutralizací ochranného koloidu tento deaktivuje a jak se lepivost filmu u jinak stejných disperzí neutralizací ochranného koloidu významně zlepšuje.

30

Tabulka 2

35

Prášek	pH redisperze	Neutralizační prostředek	nastavené pH	lepivost
Př. 1	3,6	NaOH	6,8	vysoká
Př. 1	3,6	---	3,6	velmi malá
Př. 2	3,1	NaOH	7,2	velmi vysoká
Př. 2	3,1	---	3,1	nepatrná
Př. 3	3,4	NaOH	7,0	vysoká
Př. 3	3,4	---	---	nepatrná
Př. 4	2,8	NaOH	7,0	vysoká
Př. 4	2,8	---	2,8	nepatrná

Testování v recepturách práškových barev:

Vyrobí se práškové barvy podle receptury uvedené v Tabulce 3:

5

Tabulka 3 (část)

Označení	Receptura A [g]	Receptura B [g]	Receptura C [g]
Kalcit (1–6 µm, oč 22)	128,5	---	---
Talek (3 µm, oč 53)	148,0	148,0	148,0
TiO ₂ (Kronos 2190)	73,5	73,5	73,5
Talek (8 µm, oč 35)	63,5	63,5	63,5
Celulózová vlákna	16,0	16,0	16,0
Křemičitan hlinitý	12,0	12,0	12,0
Modifikovaná hydroxycelulóza	3,0	3,0	3,0
Ca(OH) ₂	3,0	3,0	---
Odpěňovač	1,5	1,5	1,5
Kaolin (<5 µm, oč 48)	---	128,5	128,5

oč = olejové číslo, µm = střední velikost částic

10

Z prášků uvedených v Tabulce 4 a z receptur uvedených v Tabulce 3 se vyrobí práškové barvy s objemovou koncentrací pigmentu (PVK) uvedeným v Tabulce 4. PVK je definován jako poměr objemu pigmentu a plnidla k objemu pojiva. Suchá směs se pomocí zařízení „disolveru“ zapracuje do vody. Takto získaná kapalná barva se nanese tak, aby se dosáhlo síly suché vrstvy asi 100 µm. Po 28–denním skladování v normálním klimatu se zajišťuje odolnost proti otěru za vlhka podle DIN 53778.

15

20

Tabulka 4 ukazuje, jak se neutralizací ochranného koloidu tento deaktivuje a jak se schopnost přilnavosti pigmentu receptur nátěrových barev při použití jinak stejných redisperzí významně zlepší neutralizací ochranného koloidu.

Tabulka 4

Prášek	pH redisperze	Receptura	PVK	pH barvy	Otěr za mokra*
Př. 5	2,8	A	69	7,8	>5 000
Srv. př. 3	5,5	A	69	9,0	145
Př. 7	2,7	A	69	7,6	2 800
Př. 6	2,8	B	78	5,7	390
Př. 6	2,8	C	78	11,5	1 085

25

C = receptura bez neutralizačního prostředku

* otírací cykly po 28–denním skladování za normálního klima

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Redispergovatelná disperzní prášková kompozice, obsahující
- 5 a) ve vodě nerozpustný základní polymer s teplotou skleného přechodu $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $+80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ze skupiny homo- a kopolymerů vinylesterů, esterů kyseliny akrylové, esterů kyseliny metakrylové, styrenu a vinylchloridu nebo směs uvedených základních polymerů,
- b) 2 až 40 % hmotnostních, vztaženo na základní polymer, ve vodě rozpustného rozdělovacího ochranného koloidu,
- 10 c) 0 až 30 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost polymerních komponent, prostředku proti tvorbě bloků,
- vyznačující se tím**, že jako složku b) obsahuje neneutralizované homo- nebo kopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů, nebo částečně neutralizované homopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo
- 15 dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů, nebo částečně neutralizované kopolymery olefinicky nenasycených mono- nebo dikarboxylových kyselin nebo jejich anhydridů s obsahem kyseliny více než 80 % molových v případě kopolymerů s alkeny se 3 až 12 uhlíkovými atomy nebo styrenem a obsahem kyseliny 50 až 99 % molových v případě ostatních kopolymerů, přičemž molekulová hmotnost uvedeného polymeru je menší nebo rovná 250 000 g/mol,
- 20 stanoveno jako hmotnostní průměr a hodnota pH vodné redisperze přípravku disperzního prášku je nižší než 4,5.
2. Redispergovatelná disperzní prášková kompozice podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že jako složku b) obsahuje homo- nebo kopolymery kyseliny akrylové, metakrylové nebo
- 25 kyseliny maleinové, případně jejího anhydridu, obzvláště kyselinu polyakrylovou nebo polymetakrylovou, nebo kopolymery s jednotkami kyseliny akrylové, metakrylové nebo kyseliny maleinové, případně jejího anhydridu a jednotky s nimi kopolymerovatelných monomerů, s podílem kyseliny v těchto kopolymerech více jak 80% molových.
3. Redispergovatelná disperzní prášková kompozice podle nároků 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že disperzní prášková kompozice dále obsahuje až do 100 % hmotnostních, vztaženo
- 30 na základní polymer, lepivých látek.
4. Redispergovatelná disperzní prášková kompozice podle nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že disperzní prášková kompozice dále obsahuje neutralizační prostředek jako hydroxid sodný, hydroxid draselný, hydroxid vápenatý.
- 35
5. Vodné polymerní disperze, vyrobitelné redispergací disperzní práškové kompozice podle nároků 1 až 4 nebo suchých směsí s disperzní práškovou kompozicí podle nároků 1 až 4 ve vodě
- 40 mající hodnotu pH nižší než 4,5, případně upravenou na pH 5 až 10.
6. Použití disperzní práškové kompozice podle nároků 1 až 4 v přípravcích pro lepení, obzvláště lepidlech citlivých na tlak a lepidlech na podlahové krytiny, jako pojivo v omítkách, barvách a povlakových materiálech, jako pojivo ve stěrkových hmotách bez cementu, jako
- 45 stavební lepidlo a také jako pojivo pro lepidla nebo povlaky v oblasti textilu.
7. Použití vodných polymerních disperzí podle nároku 5 v přípravcích pro lepení, obzvláště lepidlech citlivých na tlak a lepidlech na podlahové krytiny, jako pojivo v omítkách, barvách a povlakových materiálech, jako pojivo ve stěrkových hmotách bez cementu a s obsahem
- 50 cementu, jako stavební lepidlo a také jako pojivo pro lepidla nebo povlaky v oblasti textilu.

Konec dokumentu
