

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49875

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.X.1963 (P 102 721)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 18.IX.1965

Kl.

39 ^{64,3/18} ~~25/01~~

MKP C 08 ^{3/18}

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Kopytowski, Barbara Świerż

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Oświęcim”, Oświęcim (Polska)

Sposób polimeryzacji butadienu i jego kopolimeryzacji ze styrenem i innymi monomerami winylowymi i dwuwinyłowymi stabilizowanymi p-trzeciorzędowym butylokatecholem

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób polimeryzacji butadienu i jego kopolimeryzacji ze styrenem i innymi monomerami winylowymi i dwuwinyłowymi stabilizowanymi p-trzeciorzędowym butylokatecholem.

W celu zapobiegania przedwczesnym procesom termopolimeryzacji do monomerów w czasie transportu i przechowywania wprowadza się określone substancje zwane stabilizatorami.

Z szerokiego asortymentu stabilizatorów dla stabilizacji butadienu i styrenu stosowany jest najczęściej p-trzeciorzędowy butylokatechol. Stabilizator przed procesem polimeryzacji usuwany jest w znany sposób przez oddestylowanie monomeru lub jego przemycie roztworami ługów. Konieczność usuwania stabilizatora wynika z faktu inhibowania przebiegu polimeryzacji inicjowanej termicznie lub przez niektóre inicjatory, jak nadtlenek benzoilu, nadsiarczan potasu oraz niektórymi układami redoks jak na przykład żelazowo-pirofosforanowo-hydronadtlenkowy.

Proces usuwania stabilizatora podnosi koszty własne monomeru oraz jest operacją kłopotliwą.

Stwierdzono, że proces polimeryzacji monomeru butadienu lub jego kopolimeryzacji z innymi związkami winylowymi może przebiegać prawidłowo bez konieczności usuwania p-trzeciorzędowego butylokatecholu na drodze destylacji lub wymywania. Warunkiem przebiegania tego procesu w obecności p-trzeciorzędowego butylokatecholu jest ini-

2

cjowanie go przy pomocy układu redoks zawierającego hydrochinon-hydronadtlenek i siarczyn sodowy.

Mechanizm reakcji tworzenia się wolnych rodników inicjujących proces polimeryzacji w układzie hydrochinonowo-hydronadtlenkowym w obecności p-trzeciorzędowego butylokatecholu — jest nieznan.

Przykład. Polimeryzację w emulsji przeprowadza się w reaktorze o pojemności 5 l chłodzonym przepływającą w płaszczu solanką.

W celu porównania przebiegu procesu polimeryzacji z oczyszczonymi od stabilizatora monomerami i zawierającymi p-trzeciorzędowy butylokatechol próbę prowadzi się równolegle w dwóch reaktorach.

Reaktor z próbą kontrolną bez stabilizatorów: Do reaktora ładuje się 1553,5 ml wody zmiękzonej, 300 ml 20%-owego roztworu nekalu, 100 ml 5%-owego roztworu stearynianu potasu, 20 ml 30%-owego roztworu butanolu, 100 ml 15%-owego roztworu aktywatora zawierającego 1,5% siarczyny sodu i 0,25% hydrochinonu, oraz 300 ml styrenu.

Reaktor schładza się do około 2°C, wprowadza z butli butadien w ilości 700 g, po czym z dozownika dodaje się 3 g hydronadtlenku izopropylbenzenu w 31 ml styrenu.

Temperaturę doprowadza się do +5°C i prowadzi proces polimeryzacji do około 60% przemiany monomerów.

Reaktor z próbą zawierającą p-trzeciorzędowy butylokathechol:

Do reaktora ładuje się takie same ilości składników rozpuszczalnych w wodzie oraz styrenu.

Reaktor schładza się do około 2 °C i dodaje 700 g butadienu zawierającego 0,14 g p-trzeciorzędowego butylokathecholu. Z dozownika dczuje się 3 g hydro-

natlenku izopropylbenzenu w 31 ml styrenu. Temperaturę doprowadza się do +5 °C i prowadzi proces polimeryzacji do około 60% przemiany monomerów.

Uzyskuje się następujące wyniki:

Próbki	Czas reakcji w godzinach					
	2	6	10	14	18	20
Procent przemiany w próbce kontrolnej	6,5	19,0	32,0	45,0	58,0	64,0
Procent przemiany w próbce zawierającej p-trzeciorzędowy butylokathechol	9,0	27,0	45,0	62,0	79,0	—

Zastrzeżenie patentowe

Sposób polimeryzacji butadienu i jego kopolimeryzacji ze styrenem i innymi monomerami winylowymi i dwuwinyłowymi stabilizowanymi p-trzeciorzędowym butylokathecholem, *znamienny tym*, że polimeryzację prowadzi się w obecności p-trzeciorzędowego butylokathecholu w układzie redoks zawierającym hydrochinon — hydronadtlenek i siarczyn sodowy.