



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218765
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 04 07 80
(21) (PV 4803-80)

(51) Int. Cl.³
C 08 F 2/24
C 08 F 113/06

136/06

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 04 85

(75)
Autor vynálezu

KONEČNÝ DUŠAN ing., SEYČEK OTAKAR ing. CSc., KRALUPY
nad Vltavou, SUFČÁK MILOSLAV ing. CSc., PRAHA, ANTONOVÁ
ELISABETH dr. dipl. chem., URBAN OTTO dipl. chem., SCHKOPAU
(NDR)

(54) Způsob výroby polybutadienového latexu

1

2

Způsob výroby polybutadienového latexu s použitím nového emulgátoru na bázi alkalické nebo amonné soli kyseliny oligo-alfametylstyren-alfa, omega-dikarboxylové, který umožňuje dosažení větší velikosti latexových částic a vyznačuje se zlepšenou skladovatelností.

Vynález se týká způsobu výroby polybutadienového latexu emulzní polymerací.

Syntetické latexy nacházejí široké uplatnění v průmyslu, zejména jako pojivo a jako meziprodukt při výrobě různých typů polymerů emulzní polymerací.

Jednou ze základních charakteristik latexů je velikost jejich polymerních částic, která je do značné míry určována typem použitého emulgátoru. Z hlediska určité finální vlastnosti polymeru, k jehož výrobě bylo použito latexu jako meziproduktu, obvykle existuje optimální velikost latexových částic.

Je známo, že přímou polymerací s použitím 3 až 5 % emulgátoru na monomery v násadě jsou obvykle získávány latexy s velikostí částic do 1000 Å. Jako emulgátor jsou nejčastěji používána mýdla mastných kyselin, sulfonáty nebo sulfáty s 12 až 18 atomy uhlíku v molekule. Je známo, že s rostoucím množstvím použitého emulgátoru obvykle v rozmezí 3 až 5 % klesá velikost výsledných latexových částic. Při použití nižších množství emulgátoru se často vyskytují problémy se stabilitou latexu (zanášení výrobního zařízení). Použití snížených množství emulgátoru za účelem zvýšení velikosti částic při současném zachování dostatečné stability latexu vyžaduje inkrementální dávkování nebo použití speciálnějších emulgátorů, které obvykle zvyšují výrobní náklady (viz Encyklopedia of Polymer Science and Technology, 2. str., 707, John Wiley, 1965; podle čs. autorského osvědčení č. 166 957). Kontinuální dávkování monomeru a emulgátoru do násady v závislosti na rychlosti polymerace, popsané ve franc. patentu číslo 1 444 016, je technicky náročné a choulolivé na výkyvy regulačního systému. Existuje proto potřeba nalezení dalších emulgátorů, které by umožnily dosažení větší velikosti latexových částic při dostatečné stabilitě latexu během výrobního procesu.

Uvedený problém řeší způsob výroby polybutadienového latexu podle vynálezu.

Výroba polybutadienového latexu emulzní polymerací se podle vynálezu provádí tak, že se při polymeraci jako emulgátor použije alkalická nebo amonná sůl kyseliny oligoalfametylstyren-alfa, omegadikarboxylové s číselnou molekulovou hmotností 500 až 800, a to buď samotná nebo v kombinaci s jinými anionaktivními emulgátory, přičemž její hmotnostní podíl v celkovém množství emulgátoru činí nejméně 20 %.

Příprava výchozí kyseliny funkcionalizací „živého“ oligomeru MS je popsána v čs. autorském osvědčení č. 213 798.

Výsledná kyselina má podle zastoupení jednotlivých oligomerních frakcí číselnou molekulovou hmotnost v rozmezí 500 až 800.

Ostatní běžné polymerační přísady, jako složky iniciačního systému, dispergátory, pufrы, regulátory molekulové hmotnosti nebo síťovací činidla se při použití tohoto emulgátoru dávkují v množstvích, obvyklých při emulzní polymeraci. Jako monomer lze mimo samotného butadienu použít též směs butadienu s jiným monomerem nebo jinými monomery, v níž je butadien zastoupen, alespoň 50 % hmot. s podmínkou zachování pH vodní fáze v neutrální nebo alkalické oblasti.

Výhodou postupu podle vynálezu je jednak zvýšení výsledné velikosti částic při zachování dostatečné stability latexu, jednak výborná skladovatelnost výchozích roztoků emulgátorů, který je ve srovnání s mýdly pryskyřičných kyselin nebo mastných kyselin odolnější proti oxidaci a napadení bakteriemi.

Příklad č. 1

Do 1litrových nerezových tlakových polymeračních lahví byly dávkovány následující látky (násada ve hmotnostních dílech, 1 hmotnostní díl = 2 g).

složka	č. receptury	1	2
1	sodná sůl disproportionované kalafuny	3,0	0
2	sodná sůl kyseliny oligo-alfametylstyren- -alfa-omega-dikarboxylové s mol. hmot. 750	0	3,0
3	K ₂ S ₂ O ₈	0,4	0,4
4	K ₂ CO ₃	0,2	0,2
5	t-dodecylmerkaptan	0,05	0,05
6	butadien	100	100
	vodní fáze celkem	100	100

Složky 1 až 4 byly dávkovány ve formě vodných roztoků, k nimž bylo přidáno tolik vody, aby celkové hmotnostní množství vodní fáze odpovídalo 100 hmot. dílům. Před dávkováním butadienu byla vodní fáze 10 minut probublávána proudem dusíku. Uzávěřené láhve s celou násadou byly umístěny do polymeračního termostatu, temperováno na 50 °C a ponechány rotovat po dobu 48 hodin. Pak bylo do lahví dávkováno 0,1 hmot. dílu dimetyldithiokarbamátu sodného ve formě 1% roztoku, láhve byly zchlazeny, odebrány vzorky na stanovení finální konverze a po vakuovém oddestilování volného butadienu stanovena velikost latexových částic. Konverze byla v obou případech vyšší, než 85 %. Velikost částic, stanovená turbidimetricky, byla u srovnávací receptury (č. 1) 85 nm, zatímco u receptury č. 2 (podle vynálezu) bylo dosaženo 110 nm. Latexy v obou případech obsahovaly méně než 0,1 % koagulátu.

Příklad č. 2

Byl připraven PB latex podle receptury č. 2 s tím rozdílem, že výchozí kyselina, použitá k přípravě sodného mýdla, měla číselnou molekulovou hmotnost 620. Výsledná konverze byla opět vyšší, než 85 % a velikost částic byla nalezena 120 nm.

Příklad č. 3

K přípravě PB latexu v zařízení, popsaném v příkladu č. 1, bylo použito následující receptury (hmotnostní díly):

Kaprinát draselný	1,0
$K_2S_2O_8$	0,4
K_2CO_3	0,2
vodní fáze celkem	100
terc. dodecylmerkaptan	0,05
butadien	100

Po 24 hodinách polymerace při 70 °C byly do latexu dávkovány 2 hmot. díly draselné soli kyseliny oligoalfametylstyren-alfa, omega-dikarboxylové, použité k přípravě sodného mýdla z příkladu č. 2. Po dalších 24 hodinách polymerace při 70 °C byla láhev zchlazena a stanovena konverze vyšší, než 95 %. Velikost latexových částic, stanovená turbidimetricky, byla 210 nm. Množství koagulátu bylo nižší, než 0,1 %.

Příklady č. 1 a 2 dokládají zvýšení velikosti částic při použití samotného nového emulgátoru ve srovnání s emulgátorem běžně používaným. Příklad č. 3 dokládá použitelnost nového emulgátoru v kombinaci s jiným anionaktivním emulgátorem, který umožňuje podstatné zvýšení velikosti částic.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby polybutadienového latexu emulzní polymerací, vyznačený tím, že se při polymeraci jako emulgátor použije alkalická nebo amonná sůl kyseliny oligo-alfametylstyren-alfa,omegadikarboxylové s čí-

selnou molekulovou hmotností 500 až 800, a to buď samotná, nebo v kombinaci s jinými anionaktivními emulgátory, přičemž její hmotnostní podíl v celkovém množství emulgátoru činí nejméně 20 %.