



NORGE
[NO]

STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

[B] (11) **UTLEGNINGSSKRIFT** Nr. 146164

(51) Int. cl.³ C 08 K 5/17, 5/54

(21) Patentsøknad nr. 764010

(22) Inngitt 24.11.76

(24) Løpedag 24.11.76

(41) Alment tilgjengelig fra 01.06.77
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 03.05.82
(30) Prioritet begjært 28.11.75, USA, nr. 635575

(54) Oppfinnelsens benevnelse Varmefølsomme latekser.

(71)(73) Søker/Patenthaver THE B.F. GOODRICH COMPANY,
500 South Main Street,
Akron, OH 44318,
USA.

(72) Oppfinner GEORGE JOHN ANTLFINGER, Avon Lake, OH,
PETER DRESEL SELETZKY, Berea, OH,
USA.

(74) Fullmektig Bryns Patentkontor A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 3294728, 3702315, 3878152,
(alle 260-29.6)

Foreliggende oppfinnelse vedrører varmfølsomme latekser.

Latekser inneholdende vannholdige dispersjoner av flere forskjellige polymerer, normalt elastomere materialer, kan gis varmfølsomhet ved tilsetning av visse varmfølsomhetsgivende silikonpolyetere. Visse ulemper er forbundet med anvendelse av disse materialer på grunn av omkostningene når store mengder må benyttes, og i mange tilfeller ineffektivitet når et stort antall forskjellige latekser inneholdende forskjellige polymerer og emulgeringsmiddelsystemer anvendes. Det er ønskelig med et system som er mer allsidig og som kan gi bedre regulering av geleringstemperaturen for latekser som er gjort varmfølsomme med silikonpolyetere.

Foreliggende oppfinnelse angår et forbedret system som kan benyttes på et stort antall forskjellige latekser av vannholdige dispersjoner av polymermaterialer både med hensyn til variasjon av polymeren og emulgerings- eller suspenderings-systemet i lateksen hvilket oppnås ved at det dertil tilsettes visse etoksylerede tertiære aminer. Ytterligere forbedringer oppnås når små mengder av silikonpolyeter- eller poly(vinylmetyleter)-følsomhetsgivende eller sensitiverende midler også anvendes sammen med de etoksylerede tertiære aminene. Med dette system oppnås forbedret regulering av gelering, temperatur og kvalitet på oppnådd gel sammenlignet med systemer som ikke inneholder etoksylerede tertiære aminer.

Foreliggende oppfinnelse kan anvendes på et stort antall latekser av vannholdige dispersjoner av polymerer inneholdende anioniske overflateaktive midler. Den er verdifull for latekser av elastomerpolymerer slik som de som representeres av homo- og sampolymerer av butadien, isopren, alkylakrylater, kloropren, alkylvinyletere, metylvinyletere og lignende.

146164

Normalt inneholder polymerene i disse latekser en større andel, dvs. mer enn 50%, av en elastomerbidragende monomer som eksemplifiseres av konjugerte diener med 4-8 karbonatomer, spesielt butadien-1,3 og isopren og/eller alkylakrylater, hvori alkylgruppen inneholder 1-8 karbonatomer, som representeres av metylakrylat, etylakrylat, butylakrylat, 2-etylheksylakrylat o.l. Disse dien- og akrylatsampolymerer kan også inneholde minst ca. 1 vekt-% og opptil ca. 50% av andre sampolymeriserbare vinylidenmonomermaterialer inneholdende minst en $\text{CH}_2\text{CH}<$ -gruppe, slik som styrener, f.eks. α -metylstyren og klorstyren; alkylakrylater og metakrylater med formel $\text{C}=\overset{\text{R}}{\text{C}}-\text{C}=\text{OR}'$ hvor R er hydrogen, metyl eller etyl og R' er alkyl med 1-18 karbonatomer; halogenakrylater slik som kloretylakrylat; alkylvinyleter slik som kloretylvinyleter og metylvinyleter; alkylvinylketoner slik som metylvinylketoner; nitriler slik som akrylonitril og metakrylonitril; α, β -umettede karboksylsyrer slik som akrylsyre, metakrylsyre, itakonsyre o.l.; vinylpyridin, vinylhalogenider slik som vinylklorid, vinylidenklorid; akrylamider slik som metakrylamid og n-metylolakrylamid; fleksible sampolymerer av vinylklorid, vinylacetat og vinylidenklorid, som er gjort fleksible eller bøyelige enten ved inkorporering av tilstrekkelig meget mykningsmiddel i polymeren i en vannholdig dispersjon eller ved hjelp av sammonomerer inkludert lavalkylakrylatene for at tilstrekkelig bøyelighet skal oppnås vinylhalogenidpolymeren. Foreliggende oppfinnelse anvendes på anioniske latekser av polymerer med en Tg-temperatur (glassovergangstemperatur) fra -80 til 150°C .

Selvom foreliggende oppfinnelse er spesielt anvendbar på latekser av bøyelige polymerer, er den også like anvendbar ved varmegelering av harde ikke-bøyelige polymerer omfattende polymerer i lateksform, f.eks. av vinylklorid, vinylacetat, metylmetakrylat, styren o.l. Med det varmefølsomhetsgivende materiale kan man oppnå geldannede, porøse strukturer av polyvinylklorid, polystyren o.l. sammenlignet med kontinuerlig film som kan oppnås med bøyelige polymerer.

Disse polymerer og andre som er velkjente i vannholdig lateksform er beskrevet i litteraturen, eksempelvis Vinyl and Related Polymers, Schildknecht (Wiley) og Synthetic Rubber, Whitby (Wiley), som begge omfatter velkjente polymeri-

sasjonsfremgangsmåter for fremstilling av slike polymerlatekser. I alminnelighet kan det forbedrede system ifølge foreliggende oppfinnelse anvendes med hvilken som helst anionisk lateks eller vannholdig dispersjon, suspensjon eller emulsjon av et hvilket som helst polymermateriale. Spesielt anvendbare er latekser av polymerer som danner en kontinuerlig film ved tørking av suspensjonen eller dispersjonen. Slike filmer er fortrinnsvis bøyelige ved romtemperatur og spesielt kan de ved romtemperatur trekkes til minst 100% av opprinnelig lengde uten at sprekke dannelse, brudd eller annen ødeleggelse av polymeroverflaten oppstår.

Den totale mengde faststoff i lateksene som behandles på angitt måte, kan variere i relativt stor utstrekning fra så lavt innhold som 15%, men vanligvis inneholder lateksene for kommersielle formål 20 til 75 vekt-% total mengde faststoff av polymer og mer spesielt 30-65 vekt-%. Lateksenes pH-verdi har en viss effekt på geldannelsestemperaturen. Vanligvis skjer geldannelse ved laveste temperaturer ved laveste pH-verdi som er forenelig med en stabil latekst ved romtemperatur. En pH-verdi lavere enn 10 og fortrinnsvis lavere enn ca. 9 blir vanligvis opprettholdt.

Anioniske overflateaktive midler som normalt finnes i polymerlatekser omfatter et stort antall forskjellige typer inkludert natrium- eller kaliumsalter av disproporsjonert naturharpiks-syresåpe slik som natriumdihydroabietat, fettsyresåper slik som natriumstearat og kaliumoleat, alkalisåper av naften-syre, alkylnatriumsulfosuccianter slik som diamyl, diheksyl og dioktyl, natriumalkylsulfater slik som natriumlaurylsulfat, sulfaterte fettsyreamider og -estere, natriumsulfater av syreestere slik som laurinsyre og oljesyre, natriumsal-ter av sulfonerte oljer, alkylarylsulfonater slik som natriumalkylnaftalensulfonat og natriumalkylbenzensulfonat, natriumbenzylnaftalensulfonat, isobutylnaftalennatriumsulfonat, natriumnaftalensulfon-syre-kondensater o.l. Mengdene som inngår i lateksen er vanligvis større enn 0,01 vektdeler/100 vektdeler fast stoff av lateks, og mer spesielt 1-10 vektdeler.

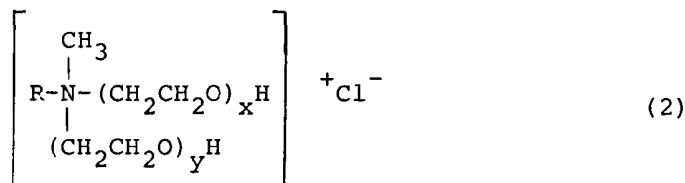
Andre overflateaktive midler kan anvendes, enten opprinnelig i polymerisasjonen eller tilsettes, eksempelvis vannopløselige ikke-ioniske overflateaktive midler vanligvis i forbindelse med anioniske midler. Slike materialer omfatter

eksempelvis nonynfenoksy-poly(etylenoksy)etanol slik som representativt for alkylaryl-polyeter-ikke-ioniske midler. Også alkyl-aryl-polyeteralkoholer, polyoksyetylensorbitanmonolaurat o.l. er aktuelle.

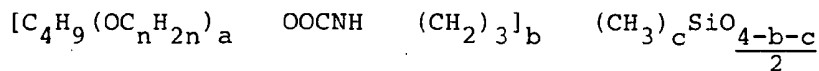
Ifølge foreliggende oppfinnelse er det tilveiebragt en varmfølsom polymer, syntetisk, anionisk lateks, og denne er kjennetegnet ved at den hovedsakelig består av polymeriserte vinylidenmonomerer med minst en endestående $\text{CH}_2\text{C}<$ -gruppe, idet nevnte polymer har en T_g° på fra -80° til 150°C , og inneholder en varmfølsomhetsgivende mengde av et etoksyliert tertiært amin med formelen:



eller



hvor R er alkyl med 10-22 karbonatomer og x og y er tilsammen 5 til 50, samt en varmfølsomhetsgivende mengde av en silikonpolyeter med formelen:

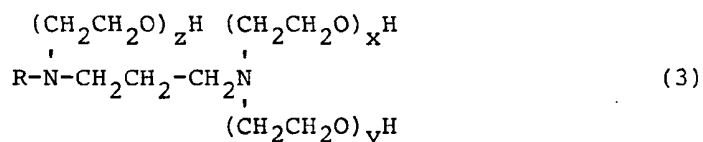


der n, a, b og c er hele tall.

Nevnte etoksylierte tertiære aminer med formel (1) omfatter slike som har en fettalkylgruppe avledet fra fettkilder med 12-18 karbonatomer og to polyoksyetylengrupper bundet til nitrogenatomet, og som utgjør reaksjonsprodukter av et N-alkylamin og etylenoksyd, og derivatene av de polyetoksylierte alifatiske aminene med formel (2) oppnås ved omsetning derav med metylklorid.

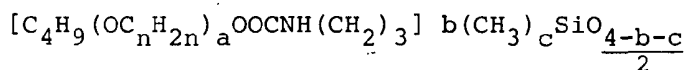
Nær beslektede av de ovenfor angitte materialer

er reaksjonsprodukter av N-alkyltrimetyldiaminer og etylenoksyder med formelen:



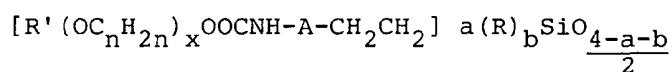
Den angitte gruppe R ovenfor har fortrinnsvis 12-20 karbonatomer og er avledet fra f.eks. myristinsyre, laurinsyre, malmitinsyre, stearinsyre, oljesyre, abietinsyre, linolsyre, linolensyre o.l. fettsyrer. Som x og y er z 5-50 mol pr. mol fettamin. Fortrinnsvis inneholder disse materialer 10-25 mol etylenoksydmaterialer med så meget som ca. 10 mol etylenoksyd. De benyttede mengder, basert på 100 vektdeler polymerer, utgjør 1-20 vektdeler og fortrinnsvis 2-10 vektdeler.

Silikonpolyetrene som anvendbare som følsomhetsgivende midler ifølge foreliggende oppfinnelse, kan enten være oppløselige eller uoppløselige i vann, selvom vannoppløselige silikonpolyetere er letter å inneslutte i lateksen. Silikonpolyetere som viser en invertert vannoppløselighetskurve hvori silikonpolyetrene oppviser oppløselighet i vann ved romtemperatur (25°C) og vannoppløselighet ved en temperatur som moderat overstiger romtemperatur, foretrekkes. Silikonpolyetere som har vist seg å være spesielt anvendbare kan betegnes som en silikon-oksyalkylensegmentpolymer inneholdende en butoksyavsluttet etylen-propylenglykolpolymer bundet til silisiumatomer i metylsilikon gjennom uretanbindinger. En generell formel for slike silikonpolyetere er:



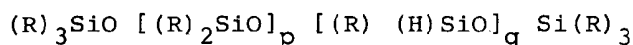
hvor n, a, b og c utgjør hele tall, som beskrevet i US-patentene nr. 3.483.240 og 3.483.394.

Siloksan-oksyalkylensampolymeren har formelen:



hvor R er en organisk gruppe bundet til silisium gjennom en silisium-karbon-binding, R' er lavere alkyl, f.eks. alkyl med 1-7 karbonatomer, eller aryl; A er en toverdig hydrokarbongruppe inneholdende høyst 7 karbonatomer; a har en verdi på fra 0,50 til og med 1,00; b har en verdi fra 1,12 til og med 1,90; hvorved summen av a og b er fra 2,02 til og med 2,40; n har en verdi på 2 til og med 4; og x har en verdi på minst 5, f.eks. 5-100 eller mer.

En av de foretrukne typer av organohydrogenpoly-siloksaner som anvendes ved fremstilling av foreliggende siloksan-oksyalkylensampolymerer, er triorganosilylkjedeavsluttede sampolymerer av diorganosuloksanenheter og organohydrogensiloksanenheter med formelen:



hvor R har tidligere angitte betydning, p har en middelvei på fra 0 til og med 45, q har en verdi på minst lik p og fra 3 til og med 48, og summen av p pluss q er lik fra 3 til og med 48, og hvorved summen av de silisiumbundene R-gruppene pluss det silisiumbundene hydrogenatom er lik 2,04 til 2,40 pr. silisiumatom. Ifølge en foretrukken utførelsesform har p verdien 0 og samtlige R-grupper utgjøres av metyl.

Selvom mer enn 0,01-5, eller mer, vektdele av silikonpolyeteren pr. 100 vektdele faststoff kan anvendes ifølge foreliggende oppfinnelse, foretrekkes for optimal kommersiell tilpasning fra 0,1-1,0 vektdele av silikonpolyeteren pr. 100 vektdele faststoff av lateks. Både aminderivatet og silikonpolyesteren røres lett i lateksen.

Andre anvendbare varmfølsomhetsgivende midler omfatter en vannopløselig lineær homopolymer av alkylvinyleter, dvs. poly(vinylmetyleter) og andre, som når alkylgruppen inneholder 1-4 karbonatomer er oppløselige i vann og har en K-verdi på 30-50 og en spesifikk viskositet målt på 1 gram/100 ml benzen på 0,2-0,7, og normalt anvendes vannopløsninger med et innhold av 10-25 vekt-% om mengden poly(metylvinyleter) som anvendes er vanligvis større enn 0,1-10 vektdele/100 vektdele faststoff av lateks.

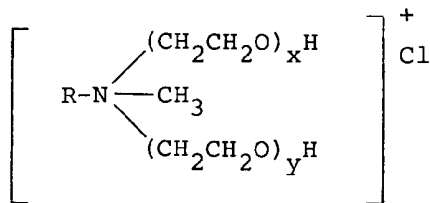
Det var helt overraskende at de etoksylerede tertiære aminene alene kunne bidra til geldannelsen av lateksene. For å

vise dette ble lateks nr. 8 i eksemplene inneholdende en polymer av 94% butadien, 3% akrylonitril, 1,2% akrylsyre og 1,8% N-metylolakrylamid stabilisert med 1,8% natriumlaurylsulfat, blandet med 4 vektdeler (i en 20%-ig vannopløsning) av et etoksyliert tertiært amin med formel (1) ovenfor inneholdende (a) 2 mol etylenoksyd og (b) 15 mol etylenoksyd, hvorved R i begge tilfelle var avledet fra kokosfettsyre, og 20% vinsyreopløsning ble tilsatt for regulering av geldannelse. I tilfelle (a) ble det observert et tungt polymerkoagulat etter tilsetningen av den kationiske såpen, hvilket er helt utilfredsstillende. I tilfelle (b) ble det ikke observert noe koagulat etter tilsetningen av midlet og en jevn gel ble observert ved tilsetning av 1,4 vektdeler vinsyre i en 20%-ig oppløsning til en sluttlig pH-verdi på 3,5. En annen test ble gjennomført hvori R var avledet fra stearinsyre og midlet inneholdt 50 mol etylenoksyd og dette var også godtagbart idet intet koagulat ble observert etter tilsetningen av midlet og en jevn gel ble dannet ved tilsetning av 0,8 vektdeler vinsyre i en 20%-ig vannopløsning.

Lignende forsøk ble gjennomført med de etoksylierte tertiære aminene av formel (3) ovenfor, hvor R var avledet fra talgfettsyre. Når midlet bare inneholdt 3 mol etylenoksyd ble det oppnådd et tungt koagulat ved tilsetning av midlet til lateksen. Med midler inneholdende 10 og 15 mol etylenoksyd ble det observert et lett koagulat ved tilsetning av midlet og gel ble oppnådd når vinsyre ble tilsatt. Forsøk ble også gjennomført med etoksylierte tertiære aminer med formel (2) ovenfor med anvendelse av vinsyre. I disse forsøk ble det observert et tungt koagulat ved tilsetning av midlet hvorved midlet inneholdt bare 2 mol etylenoksyd og R var avledet fra kokosfettsyre eller oljesyre og stearinsyre. Med anvendelse av andre midler og samme fettsyrer, men inneholdende 15 mol etylenoksyd ble det ikke observert noe koagulat ved tilsetning av midlet og etter justering av pH-verdien for lateksene til ca. 4, fikk man geldannelse av disse tre latekser ved romtemperatur.

For ytterligere å demonstrere foreliggende forbedrede fremgangsmåte i forbindelse med et stort antall forskjellige polymerer i vannholdig dispersjon og et antall forskjellige anioniske emulgeringsmidler, ble latekser av den sammensetning

som fremgår av data i følgende tabeller blandet med en del hver av en 10%-ig (beregnet på vekt) oppløsning av det varmfølsomhetsgivende middel og 4-8 vektdeler av en 25%-ig oppløsning av et polyetoksyliert kvaternært ammoniumsalt hvori alkylgruppen R er avledet fra kokosfettsyre og 15 mol totalt av etylenoksyd med formelen:



Før testing av geltemperatur, gelkvalitet og gelstyrke, ble 15 ml nyfremstilt omrørt lateksforbindelse anbragt i et 50 ml prøverør. Et i °C inndelt termometer ble innført i prøverøret. Termometeret var et kvikksølvtermometer med en skala som begynte ved -20°C og strakk seg til 110°C. Prøverøret inneholdende både den varmfølsomhetsgivende forbindelse og termometeret ble plasert i et beger med kokende vann og langsomt og kontinuerlig omrørt med termometeret. Lateksforbindelsen ble geldannet fortrinnsvis i området 45-60°C. Den geldannede forbindelsen ble etterlatt i prøverøret til temperaturen i lateks gelen hadde steget til 10°C over forbindelsens geldannelsespunkt. Prøverøret ble deretter tatt ut av badet og den geldannede lateksproppen innført i et beger med vann (romtemperatur eller kaldere. Graden av lateks-geldannelse av polymerforbindelsen i vannbeget ble observert sammen med utseendet av vannet. Dersom hvitt vann observeres, beror dette på minst en del ikke-koagulert lateks.

Etter at lateksproppen hadde befunnet seg i vannet i 10 min. og hadde avkjølet til romtemperatur, ble proppen delt i to. Gelstrukturen ble bedømt ifølge følgende bedømmelsesskala: en svak gel er vanligvis meget lett å dra i stykker og er kornet inni. "Seig gel" angis når strukturen er kontinuerlig og kjøttaktig. Dessuten skal "seige geler" være vanskelige å trekke i stykker eller rive i stykker.

I denne testfremgangsmåte refererer uttrykket "geldannelse" seg til at forbindelsen danner et kontinuerlig seigt

fast stoff i et spesifikt temperaturområde. Latekser som bare geldannes partielt og etterlater en del latekspartikler i vannfasen, sies å ha tilveiebragt "hvitt vann". Lateksforbindelser som geldannes i det spesifiserte temperaturområdet, men som ved undersøkelse av gelstrukturen (oppdeling) er meget kornformede eller sandaktige inni, kan betegnes som svake med hensyn til gelstrukturen. En "god seig gel" har konsistens av en vellaget biffstek og den vannholdige fasen etter geldannelse bør ikke inneholde lateks eller "hvitt vann".

Oppnådde resultater er angitt i tabellene I og II.

TABELL I

| Lateks nr. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 |
|---|------|------|------|------|-----|------|------|-----|-------|------|-------|-------|
| <u>Monomerer, vekt-</u> <u>deler</u> | | | | | | | | | | | | |
| Butadien | 67,0 | 55,0 | 66,0 | 65,0 | | | | | | | 100,0 | |
| Styren | | | | | | | | | | | | 100,0 |
| Etylakrylat | | | | | 100 | | 94,0 | | | | | |
| Vinylklorid | | | | | | | | | 100,0 | 80,0 | | |
| Akrylonitril | 33,9 | 42,0 | 30,0 | 32,0 | | 10,0 | 11,0 | 3,0 | | | | |
| Metylakrylat | | | | | | | | | | 20,0 | | |
| Akrylsyre | | | | | | | | 1,2 | | | | |
| Hydroksyetyl- akrylat | | | | | | 4,0 | 5,0 | | | | | |
| Akrylamid | | | | | | | | | | | | |
| N-metylolakrylamid | | | | 3,0 | | 1,0 | | 1,8 | | | | |
| Butylakrylat | | | | 3,0 | | 84,0 | 82,0 | | | | | |
| Metakrylsyre | | 3,0 | 3,0 | | | 1,7 | 2,7 | | | | | |
| Kaliumstearat | 5,0 | | | | | | | | | | | |
| Natriumlaurylsulfat | | 2,7 | | 2,9 | | 2,5 | 2,50 | 1,8 | | | | |
| Na-alkylarylpolym- etersulfonat | | 2,0 | 1,7 | | | | | | | | | |
| Natriumdodecylben- zensulfonat | | | 2,7 | 2,6 | | | | | 2,7 | 1,1 | | |
| Kaliumoleat | | | | | | | | | | | 4,0 | |
| "Lomar PWA" (1) | | | | | | | | | | | | 1,5 |

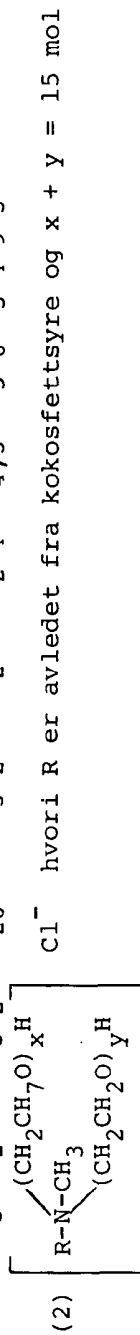
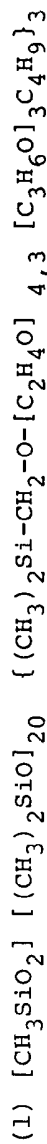
(1) Ammoniumsult av HCHO-kondensert naftalensulfonsyre.

TABELL II

Lateksforbindelser, vektdeleler (tørr polymer)

| Lateks nr. | Mengde fast stoff | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
|------------|-------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 1 | 40,1 | | | | | | | |
| 2 | 44,7 | | | | | | | |
| 3 | 50,0 | | | | | | | |
| 4 | 47,2 | | | | | | | |
| 5 | 50,1 | | | | | | | |
| 6 | 50,1 | | | | | | | |
| 7 | 50,1 | | | | | | | |
| 8 | 52,3 | | | | | | | |
| 9 | 55,5 | | | | | | | |
| 10 | 50,9 | | | | | | | |
| 11 | 46,0 | | | | | | | |
| 12 | 46,2 | | | | | | | |

| Si-polyeter-t-amin (1) | 10,0 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
|--|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Etoksyleret t-amin (2) | 25,0 | 4 | 8 | 4 | 8 | 4 | 8 | 4 | 8 |
| Forbindelsens egenskaper | | | | | | | | | |
| pH-verdi | 9,3 | 9,2 | 7,4 | 7,2 | 6,8 | 6,6 | 6,0 | 6,0 | 6,0 |
| Geldannelsestemperatur (°C) | 44 | 38 | 48 | 46 | 40 | 40 | 57 | 48 | 48 |
| Gelstyrke | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 3 | 3 | 3 |
| Hvitt vann etter geldannelse | intet | intet | lite | intet | intet | intet | intet | intet | intet |
| Gelstyrkebedømmelse: Seig=6, medium seig=5, medium=4, svak=3, svak og grumset=2, ingen gel=0 | | | | | | | | | |



TABELL II (forts.)

Lateksforbindelser, vektdeler (tørr polymer)

| Lateks nr. | Mengde fast stoff | 100 | 100 | 100 | 100 |
|---------------------------------|-------------------|-------|-------|-------|-------|
| 1 | 40,1 | | | | |
| 2 | 44,7 | | | | |
| 3 | 50,0 | | | | |
| 4 | 47,2 | | | | |
| 5 | 50,1 | | | | |
| 6 | 50,1 | | | | |
| 7 | 50,1 | | | | |
| 8 | 52,3 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 9 | 55,5 | | | | |
| 10 | 50,9 | | | | |
| 11 | 46,0 | | | | |
| 12 | 46,2 | | | | |
| Si-polyeter-t-amin (1) | 10,0 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Etoksyliert t-amin (2) | 25,0 | 4 | 4 | 8 | 4 |
| <u>Forbindelsens egenskaper</u> | | | | | |
| pH-verdi | | 5,0 | 4,8 | 9,8 | 9,9 |
| Geldannelsestemperatur (°C) | | 43 | 40 | 75 | 72 |
| Gelstyrke | | 4 | 4 | 3 | 3 |
| Hvitt vann etter geldannelse | | intet | intet | intet | intet |

TABELL II (forts.)

Lateksforbindelser, vektdeleler (tørr polymer)

| Lateks nr. | Mengde fast stoff | | | |
|---------------------------------|-------------------|-------|-------|-------|
| 1 | 40,1 | | | |
| 2 | 44,7 | | | |
| 3 | 50,0 | | | |
| 4 | 47,2 | | | |
| 5 | 50,1 | | | |
| 6 | 50,1 | | | |
| 7 | 50,1 | | | |
| 8 | 52,3 | | | |
| 9 | 55,5 | | | |
| 10 | 50,9 | | | |
| 11 | 46,9 | 100 | 100 | |
| 12 | 46,2 | | | 100 |
| Si-polyeter-t-amin (1) | 10,0 | 1 | 1 | 1 |
| Etoksyleret t-amin (2) | 25,0 | 4 | 8 | 8 |
| <u>Forbindelsens egenskaper</u> | | | | |
| pH-verdi | | 4,2 | 5,0 | 8,5 |
| Geldannelsestemperatur (°C) | | 33 | 40 | 51 |
| Gelstyrke. | | 4 | 4 | 3 |
| Hvitt vann etter geldannelse | | intet | intet | intet |

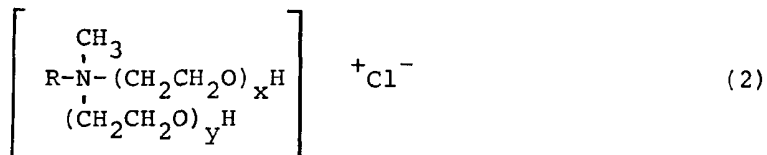
En fordel med dette system med en kombinerte anvendelse av varmfølsomhetsgivende middel av silikonpolyeter og middel av etoksylert tertiært amin, er at de fleste kationiske overflateaktive midler koagulerer polymeren før man oppnår geldannelse. Videre finnes det mange systemer der silikonpolyeteren alene ikke gir den behandlede lateksen varmfølsomhet, slik som latekser inneholdende natriumlaurylsulfat, eller graden av varmfølsomhetsgivende evne ikke er godtagbar. Denne kombinasjon er imidlertid effektiv i slike systemer omfattende eksemplevis natriumlaurylsulfat-stabiliserte latekser. Videre oppnås bedre regulering av geldannelsestemperatur og geltid når foreliggende nye kombinasjon av silikonpolyeter og etoksylert tertiært amin anvendes enn hva som kan oppnås dersom noen av dem anvendes alene.

P a t e n t k r a v

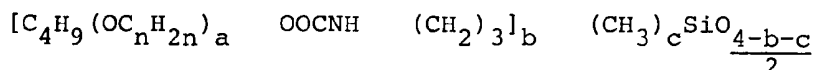
1. Varmefølsom polymer, syntetisk, anionisk lateks, karakterisert ved at den hovedsakelig består av polymeriserte vinylidenmonomerer med minst en endestående $\text{CH}_2\text{C}<$ -gruppe, idet nevnte polymer har en T_g° på fra -80° til 150°C , og inneholder en varmfølsomhetsgivende mengde av et etoksyliert tertiært amin med formelen:



eller



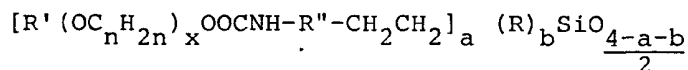
hvor R er alkyl med 10-22 karbonatomer og x og y er tilsammen 5 til 50, samt en varmfølsomhetsgivende mengde av en silikonpolyeter med formelen:



der n, a, b og c er hele tall.

2. Lateks ifølge krav 1, karakterisert ved at den består av en filmdannende polymer som inneholder mer enn 50 vekt-% av butadien-1,3 eller et alkylakrylat inneholdende 1-8 karbonatomer og opptil ca. 50 vekt-% av minst en annen sampolymeriserbar vinylidenmonomer inneholdende minst en $\text{CH}_2\text{C}<$ -gruppe.

3. Lateks ifølge krav 2, karakterisert ved at silikonpolyeteren har formelen:



hvor R er en organisk gruppe bundet til silisium gjennom en silisium-karbonbinding, R' er lavere alkyl med 1-7 karbonatomer eller aryl; R'' er en to-verdig hydrokarbongruppe med høyst 7 karbonatomer; a har en verdi på fra 0,50 til og med

1,00; b har en verdi på fra 1,12 til og 1,90; hvorved summen av a + b har en verdi på fra 2,02 til og med 2,40; n har en verdi på fra og med 2 til og med 4; og x har en verdi på 5-100.

4. Lateks ifølge krav 1-3, k a r a k t e r i s e r t v e d at et anioniske overflateaktive middel utgjøres av et alkalimetallalkylsulfat eller alkylarylsulfonat som inngår i mengder på 0,1-10 vektdeler pr. 100 vektdeler polymer i lateksen; at det etoksylerede tertiære amin inneholder 5 til 60 mol etylenoksyd og inngår i en mengde på 1-10 vektdeler pr. 100 vektdeler polymer i lateksen og at det inngår 0,1-5 vektdeler silikonpolyeter pr. 100 vektdeler polymer i lateksen.

5. Lateks ifølge krav 1-4, k a r a k t e r i s e r t v e d at polymeren utgjøres av en polymer som ikke inneholder mer enn 50 vekt-% butadien-1,3, 0,1-5 vektdeler akrylsyre og 0,1-5 vektdeler N-metylolakrylamid og R i det etoksylerede tertiære amin utgjøres av alkyl med 10-22 karbonatomer og at aminet inneholder 10-30 mol etylenoksyd.

6. Lateks ifølge krav 1-5, k a r a k t e r i s e r t v e d at polymeren inneholder mer enn 50 vekt-% av et alkylakrylat hvori alkylgruppen inneholder 1-4 karbonatomer og 0,1-15 vektdeler akrylsyre og 0,1-5 vektdeler N-metylolakrylamid.

7. Lateks ifølge krav 1-6, k a r a k t e r i s e r t v e d at det etoksylerede tertiære amin har formel (2), R er utledet av kokosfettsyre og x og y er totalt lik 10-30.