



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209664

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 F 14/06

/22/ Prihlásené 07 08 78
/21/ /PV 5152-78/

(40) Zverejnené 31 03 81

(45) Vydané 15 07 82

(75)
Autor vynálezu

KOLÍNSKÝ MILOSLAV dr. ing. CSc., PRAHA, MACHO VENDELÍN ing. DrSc.,
NOVÁKY, PORUBSKÝ JURAJ ing. CSc., BRATISLAVA, KUŠKA VLADISLAV, NOVÁKY,
MAŇAS JAROSLAV ing. CSc., ŠŤKORA STANISLAV ing. CSc., GOTTWALDOV
a LUKÁŠ RUDOLF ing. CSc., PRAHA

(54) Spôsob výroby vnútorne mäkkého polyvinylchloridu

1

Vynález rieši spôsob výroby vnútorne mäkkého polyvinylchloridu, vhodného zvlášť pre zemeizolačné účely, za použitia bežného polymerizačného zariadenia.

Je známe, že polyvinylchlorid nemožno spracovávať v čistej forme, ale za prídavku rôznych pomocných látok, ako napríklad zmäkčovadiel, tepelných a svetelných stabilizátorov, mazadiel, pigmentov, plnidiel apod., ktoré umožňujú jeho spracovanie a dodávajú mu potrebné vlastnosti požadované od hotového výrobku. Prídaním zmäkčovadiel sa dosahuje ohybnosť tvárnosť, termoplastičnosť, zvýšenie vnútornej pohyblivosti makromolekúl atď. Používané zmäkčovadlá sú málo tekavé organické látky kvapalné alebo tuhé, napríklad vyššievrúce estery kyseliny ftalovej, sebakovej, adipovej, fosforečnej.

Ukázalo sa, že po čase takto mäkký polyvinylchlorid sa stáva tvrdším, krehkejším a ubúda na jeho váhe, čo je spôsobené stratou zmäkčovadla. Táto strata zmäkčovadla môže byť spôsobená jeho tekavosťou, nevhodnými atmosférickými podmienkami, výluhovaním vodou alebo inou kvapalinou, ktorá zmäkčovadlo rozpúšťa alebo s ním reaguje, alebo migráciou pri styku s inými materiálmi.

Zabrániť tomuto znehodnocujúcemu procesu je veľmi obtiažne. Čiastočné zlepšenie bolo dosiahnuté použitím vysokomolekulárnych látok so zmäkčujúcim účinkom, tzv. polymérnych zmäkčovadiel, napríklad polyesterových zmäkčovadiel alebo prídavkom polymérov alebo kopolymérov so zmäkčujúcim účinkom, ako je napríklad kopolymér styrenu s akrylonitrilom, polyizobutylén, polyvinilétery apod.

2

V obidvoch prípadoch ide o tzv. vonkajšie zmäkčovanie, keď je potrebné príslušné zmäkčovadlo a ostatné pomocné látky vniesť do polyvinylchloridu tak, aby vzniknutý produkt mäkkého polyvinylchloridu bol dokonale homogénny. V tomto prípade sa zmäkčovadlo mechanicky zapracováva do prášku polyvinylchloridu. Pritom je veľmi obtiažne a pracné pripraviť dokonale homogénnu zmes a je potrebné pomerne dlhé miešanie, želatinizácia a expozícia pri vysokej teplote spracovania. Okrem toho toto vonkajšie zmäkčovanie nie je úplne uspokojivé, pretože zmäkčovadlo má tendenciu migrovať k povrchu a nakoniec sa odparí alebo extrahuje.

Podstatné zlepšenie bolo dosiahnuté tzv. vnútorným zmäkčovaním, pri ktorom sa zmäkčovadlo alebo látka jemu podobná zapolymerizováva do reťazca polyvinylchloridu a je jeho súčasťou. Ak sa použije k tomuto účelu nízkomolekulárne zmäkčovadlo, nedosiahne sa žiadané zlepšenie, pretože nízkomolekulárne látky pôsobia pri polymerizácii ako účinné prenášače, pričom vzniká nízkomolekulárny polymér, oligomér, so špatnými reologickými vlastnosťami, ktorý je prakticky nepoužiteľný.

Z čs. patentového spisu č. 140 523 je známa výroba vnútorne mäkkého polyvinylchloridu blokovou polymerizáciou do konverzie 35 až 55 %. Tento polymér je výhradne určený na použitie ako tlmiaci materiál pre elektroakustické účely.

Ďalej sú známe kopolyméry vinylchloridu s akrylátmi /USA patentový spis č. 3 544 661/, ktoré však vytvárajú heterogénne živicové

zmesi, ktoré nemajú žiadané spracovateľské vlastnosti.

Cieľom je však výroba vnútorne mäkkčeného polyvinylchloridu vhodného na prípravu stálych flexibilných fólií pre zemeizolačné účely, kde sa požaduje vysoká životnosť 50 až 70 rokov. Ide teda o materiál, ktorý nebude po čase strácať svoje pôvodné vlastnosti, z ktorého sa nebudú uvoľňovať zmäkčujúce komponenty, ktorý nebude podliehať degradačným, deštruktívnym a iným procesom vplyvom zemnej vlhkosti a popri prípade agresívnych látok obsiahnutých v spodných vodách, ktorý nebude podliehať zmenám teploty v rozsahu -50 až +50 °C, a ktorý bude ľahko spracovateľný.

Podľa tohto vynálezu sa spôsob výroby vnútorne mäkkčeného polyvinylchloridu, vhodného hlavne pre zemeizolačné účely, uskutočňuje tak, že vo vodnom disperznom prostredí, s výhodou v emulzii a/alebo v suspenzii, sa polymerizuje a/alebo kopolymerizuje vinylchlorid za prítomnosti polyesterového polymérneho zmäkčovadla pripravovaného polyesterifikáciou dikarboxylových kyselín so 4 až 16 atómami uhlíka, s výhodou so 6 až 12 atómami uhlíka, a diolov s 2 až 8 atómami uhlíka, s výhodou etylénglykolu, dietylénglykolu a 1,4-butándiolu, v množstve do 50 % hmot., počítané na vinylchlorid, prípadne tiež alkylesterov kyseliny kyanurovej, s výhodou dialylykyanurát a/alebo trialylykyanurát, a/alebo etylénvinylacetátového kopolyméru s obsahom 10 až 50 % hmot., s výhodou 30 až 45 % hmot., zakopolymerizovaného vinylacetátu ako stabilizátora štruktúry polymérnych reťazcov v množstve do 12 % hmot., s výhodou do 5 % hmot., do konverzie vinylchloridu 55 až 94 % hmot., s výhodou 70 až 90 % hmot., pri teplote -20 až 80 °C, za tlakov odpovedajúcich príslušnej teplote, pričom vyrobený polymér sa známym spôsobom izoluje a spracuje.

Ako látka, ktorá je schopná sa do reťazca vznikajúceho polyvinylchloridu zabudovať alebo sa na reťazec viazať, sa s výhodou používajú vyššie polyesteru kyseliny adipovej, sebakovej, ftalovej a glykoly obsahujúce 2 až 8 atómov uhlíka, s výhodou etylénglykol alebo butylénglykol, buď samotné, alebo ich zmes, alebo v kombinácii s ďalšími látkami, ako sú dioly, s výhodou 1,2-propándiol, 1,3-butándiol a 1,4-butándiol. Tieto látky sa s výhodou pridávajú v množstve asi do 50 % hmot. Prednostne sa používa polymérna látka o molekulovej hmotnosti v hraniciach 2 500 až 7 000. Pre zlepšenie mechanických vlastností pri zachovaní dostatočnej elasticity sa ešte pridáva do polymerizačnej nášady určité množstvo takej

organickéj látky, ktorá sa do polyméru tiež zabuduje a svojím účinkom v systéme pôsobí ako "stabilizátor" polymérnej štruktúry. Pre tento účel sa s výhodou používajú organické látky s funkčnými skupinami, schopnými reagovať s polyvinylchloridovým reťazcom, ako napr. dialyl- alebo trialylykyanurát alebo rôzne kopolyméry, schopné sa na reťazec naočkovať, ako napr. kopolymér etylénvinylacetát v množstve do 12 % hmot., s výhodou v množstve do 3 % hmot.

Polymérne zmäkčovadlá sa jednak dokonale distribuujú v časticiach suspenzie polyméru už pri ich vzniku, jednak sa viažu na voľné radikály reťazcov makromolekúl polyvinylchloridu, predovšetkým ľahšie vytváranými radikálmi na makromolekulách polyesterov v polohách - k esterovým skupinám. Pritom úplne postačuje, aby sa chemicky viazala na makromolekulu polyvinylchloridu napríklad makromolekula polyesteru iba jednou väzbou.

P r í k l a d y 1 a ž 8

Do skleneného tlakového reaktora s obsahom 1 liter, opatreného temperačným plášťom, kotvovým miešadlom, s reguláciou obrátok a tlakomerom sa vnesie polymérne zmäkčovadlo, ktorého druh a množstvo /počítané na predpokladané množstvo vzniknutého polyméru/ je uvedené v tabuľke I. Potom sa pridá vodná fáza obsahujúca 10,2 cm³ vodného roztoku metylhydroxypropylcelulózy ako suspenzného činidla o konc. 2,5 % hmot., 1 cm³ roztoku hydroxidu sodného o konc. 1 % hmot. ako "pufráčneho" činidla a 390 cm³ destilovanej vody. Ďalej sa pridá 0,15 g dilauroylperoxidu a 0,029 diizopropylperkarbonátu /Perkadox 16/.

Reaktor sa uzaviera a prepláchnu malým množstvom vinylchloridu, aby sa vytesnil vzduch a za miešania /300 obr/min/ sa napustí do reaktora 100 g vinylchloridu.

Obsah reaktora sa rýchlo vyhreje na polymerizačnú teplotu 51 °C, a tým stúpne tlak na 0,74 MPa. Polymerizuje sa pri teplote 51 °C za neustáleho miešania od 350 do 650 obr/min. podľa toho, aby sa komponenty udržali v suspenzii do poklesu tlaku zo 0,74 MPa na 0,6 MPa. Celková polymerizačná doba sa pohybuje pri tejto teplote podľa obsahu a druhu pridaného polymérneho zmäkčovadla od 7,5 do 11 h.

Po skončení polymerizácie sa obsah reaktora rýchlo ochladí, získaný produkt sa trikrát dekantuje teplou destilovanou vodou, odsaje a suší pri teplote 25 °C.

Podľa tohto postupu sa uskutočnia príklady 1 až 8, ktoré sú zostavené do tabuľky I.

T a b u l k a I

Príkl. č.	Polymerizačná teplota /°C/	Polymerizačná doba /h/	Druh polymérneho zmäkčovadla /polyester/	Polymérne zmäkčovadlo		Konverzia		K hodnota
				pridané /g/	skutočný obsah /%/	/g/	/%/	
1	51	8,00	kys. adipová +	15	21,74	69	69	55,9
2	51	7,45	etylénglykol	20	27,39	73	73	52,6
3	51	8,00	kys. adipová +	17,5	20,58	85	85	64,5
4	51	7,45	1,2-propándiol	23	25,84	89	89	61,3
5	51	11,00	kys. adipová +	15	17,44	86	86	62,5
6	51	7,30	1,4-butándiol	20	22,22	90	90	60,1
7	51	8,00	kys. sebaková +	15	22,72	66	66	58,7
8	51	8,30	1,4-butándiol	20	22,72	88	88	58,7

Príklady 9 až 13

Do autoklávu z nehrdzavejúcej ocele o objeme 8 dm³ opatreného temperačným plášťom, propelerom, zarážkami na vnútornej stene reaktora a tlakomerom sa vnesie polymérne zmäkčovadlo, ktorého druh a množstvo /počítané na predpokladané množstvo vzniknutého polyméru/ je uvedené v tabuľke IIa.

Potom sa pridá vodná fáza obsahujúca 147,6 g vodného roztoku hydroxypropylmetylcelulózy o konc. 2,5 % hmot. ako suspenzného činidla a 5 dm³ roztoku NaOH o konc. 1,2 % hmot. ako pufračného činidla a 4 000 g destilovanej vody.

Ďalej sa pridajú 2,2 g dilauroylperoxidu a 0,3 g diizopropylperkarbonátu /Perkadox 16/.

Reaktor sa vypláchne malým množstvom

vinylchloridu za účelom odstránenia vzduchu a za miešania 150 ot/min sa pripustí 1 000 g vinylchloridu. Obsah reaktora sa vyhreje na teplotu 59,5 °C, pričom sa tlak zvýši na hodnotu 0,91 MPa.

Polymerizácia sa udržuje na teplote 59,5 °C za miešania 150 ot/min do poklesu tlaku z 0,91 MPa na 0,7 MPa. Celková polymerizačná doba bola 8 h.

Po skončení polymerizácie sa obsah reaktora rýchlo ochladí, získaný polymér sa trikrát dekantuje teplou destilovanou vodou, odsaje a suší pri teplote 25 až 30 °C.

Podľa tohoto postupu boli uskutočnené príklady 9 až 13, ktoré sú zostavené do tabuľky IIa a v tabuľkách IIb až IIe sú uvedené niektoré základné vlastnosti takto pripravených vzoriek vnútorne mäkčeného polyvinylchloridu.

Tabuľka IIa

Príkl. č.	Polymerizačná teplota /°C/	Polymerizačná doba /h/	Druh polymérneho zmäkčovadla /polyester/	Polymérne zmäkčovadlo		Konverzia		K hodnota
				pridané /g/	skutočný obsah /%/	/g/	/%/	
9	59,5	6,30	kys. adipová + etylenglykol	152	16,8	895	72,0	51,6
10	59,5	6,15	kys. adipová + etylenglykol	240	20,6	1165	79,5	53,1
11	59,5	4,00	kys. adipová + 1,4-butándiol	150	17,6	850	69,3	51,3
12	59,5	4,30	kys. adipová + 1,4-butándiol	240	21,2	1130	78,8	55,7
13	59,5	4,15	kys. sebaková + 1,4-butándiol	180	15,7	1143	79,3	58,0

U vzoriek vnútorne mäkčeného polyvinylchloridu podľa príkladov 9 až 13 boli sta-

novené tieto fyzikálno-chemické vlastnosti:

Tabuľka IIb

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladu 9 až 13				
		9	10	11	12	13
Sypná hmotnosť	g.dm ⁻³	611,9	662,8	586,2	600,0	577,7
Sitová analýza						
350 μ	%	21,32	28,8	0,36	0,2	0,4
250 μ	%	37,54	50,9	0,92	0,48	0,52
63 μ	%	70,52	78,6	78,44	83,52	89,8
Absorpcia zmäkčovadla	min	5	7	4	4	4
Tepelná stabi- lita pri 180 °C	min	120	120	85	75	120

Vzorky vnútorne mäkčeného polyvinylchloridu podľa príkladov 9 až 13 boli ďalej ešte vyhodnotené vo dvoch sériách:
A/ v zmesiach nepigmentovaných
B/ v zmesiach plnených sadzami

Advastab BC 26 4 hmot. diely
Dioktyladipát 40 hmot. dielov
Irgastab CH 300 1,5 hmot. dielu
Wachs 1,5 hmot. dielu
Stearin 0,5 hmot. dielu

ad A/
Zmesi boli pripravené podľa nasledujúcej receptúry:

polyvinylchlorid
vnútorne mäkče-
ný /vzorky 9 až
13/ 200 hmot. dielov

Každá zmes podľa uvedenej receptúry sa mieša na dvojvalci /300x600 mm/ pri teplote 162 až 165 °C po dobu 8 min. U takto pripravených fólií s hrúbkou 0,5 mm sa stanoví tepelná stabilita uvedená v tabuľke II c.

T a b u l k a I Ic

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladu 9 až 13				
		9	10	11	12	13
Tepelná stabilita pri 180 °C	min	120	120	85	75	120

Ďalšia časť fólií sa prelisuje v etážovom lise pri teplote 170 °C na hrúbku fólií 1 mm. U týchto fólií sa merajú fyzikálno-

-mechanické vlastnosti. Dosiahnuté výsledky sú uvedené v tabuľke II d.

T a b u l k a II d

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladov 9 až 13				
		9	10	11	12	13
Pevnosť v ťahu	MPa	16,2	14,2	15,6	13,8	17,6
Ťažnosť	%	401	363	385	421	424
Pevnosť v ďalšom trhaní	N/mm	17,8	11,8	16,0	11,1	16,7
Tvrdosť Shore A	°Sh	85	82	83	79	86
Shore D	°Sh	32	28	30	26	33
El. odpor vnútorný	ohm	-	-	-	-	-

Pevnosť v ťahu aj tvrdosť Shore sú v relácii s obsahom navrhovaného polymérneho zmäkčovadla. Vzorky 9, 10, a 13 vykazujú podstatne lepšiu tepelnú stabilitu ako vzorky 11 a 12.

Ad B/

Druhá séria skúšok sa uskutoční na zme-

siach plnených sadzami /8 % Ketjenblack EC/, v ktorých je obsah dioktyladipátu upravený vzhľadom na rôzny obsah navrhovaného polymérneho zmäkčovadla. Meraním vlastností lisovaných fólií sa získajú tieto výsledky uvedené v tabuľke II e.

T a b u l k a II e

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladu 9 až 13				
		9	10	11	12	13
Pevnosť v ťahu	MPa	12,2	12,4	11,6	12,0	12,5
Ťažnosť	%	202	172	238	188	228
Pevnosť v ďalšom trhaní	N/mm	7,64	8,10	7,45	7,64	8,14
Tvrdosť Shore A	°Sh	88	90	89	86	91
Shore D	°Sh	40	41	37	36	39
El. odpor vnútorný	ohm	1.10 ⁴	1.10 ⁴	3.10 ⁴	2.10 ⁴	4.10 ⁴

P r í k l a d y 14 a ž 17

Postupuje sa rovnako ako v príkladoch 9 až 13 s tým rozdielom, že sa polymerizuje 1 000 g vinylchloridu pri teplote 48 °C do

počiatočného poklesu tlaku z 0,71 MPa na 0,60 MPa.

Boli vykonané príklady 14 až 17, ktoré sú zostavené do tabuľky III.

T a b u l k a . III

Príkl. č.	Polymerizačná teplota	Polymerizačná doba	Druh polymérneho zmäkčovadla /polyester/	Polymérne zmäkčovadlo		Konverzia		K hodnota
	/°C/	/h/		pridané /g/	skutočný obsah %/	/g/	/%/	
14	48,0	8	kys. adipová + etylénglykol	150	24,1	621	47,1	62,9
15	48,0	8	kys. adipová + etylénglykol	200	29,7	715	51,5	60,9
16	48,0	8	kys. adipová + etylénglykol	83	14,1	592	50,9	65,6
17	48,0	8	kys. adipová + etylénglykol	117	18,9	617	50,0	64,6

Vzorky vnútorného mäččeného polyvinylchloridu podľa príkladov 16 a 17 sú vyhodnotené z hľadiska fyzikálno-mechanických vlastností, a to nepigmentované a pigmentované.

Prípravajú sa nepigmentované zmesi podľa receptúry ako v príkladoch 9 až 13. Takis-

T a b u l k a IIIb

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladov 16 a 17			
		Nepigmentovaná		Pigmentovaná	
		16	17	16	17
Pevnosť v ťahu	MPa	26,6	23,9	19,8	19,1
Ťažnosť	%	418	490	332	304
Pevnosť v ďalšom trhaní	N/mm	21,6	21,5	9,42	9,58
Tvrdosť Shore A	°Sh	90	86	91	92
Shore D	°Sh	38	32	43	44
El. odpor vnútor.	ohm	-	-	-	-
Mrazuvzdornosť NHŠP	°C	-31	-30	-11	-6

P r í k l a d y 18 a ž 20

Do dvojlitrového autoklávu z nehrdzavejúcej ocele, opatreného temperovacím plášťom a kotvovým miešadlom /300 ot/min/ sa navážia 810 g destilovanej vody a 90 g vodného roztoku metylhydroxypropylcelulózy o konc. 2 % hmot., k tomu 0,8 g trichlóretylénu, 0,04 g hydroxidu sodného, 1,4 g dilauroylperoxidu, 0,2 g di-/terc. butylcyklohexyl-/perkarbonátu a za neustáleho miešania 210 g polyesterpolyolu /pripraveného polyesterifikáciou kyseliny adipovej s etylénglykolom a 1,4-butándiolom/ týchto fyzikálno-chemických vlastností: hustota pri 20 °C = 1,18 g/cm³ a pri 30 °C = 1,16 g/cm³; dynamická viskozita pri 20 °C = 28,931 Pa.s a pri 30 °C = 13,018 Pa.s hustota pri 50 °C = 9,15 g/cm³ a viskozita 3,93 Pa.s, priemerná molekulová hmotnosť = 3 676; č. kyslosti = 1,6 mg KOH/g; hydroxylové číslo =

T a b u l k a IVa

Príkl. č.	Polymerizačná	Polymerizačná	Druh polymérneho zmäkčovadla /polyester/	Polymérne		Konverzia		K hodnota
	teplota	doba		zmäkčovadlo				
	/°C/	/h/		pridané	skutočný obsah	/g/	/%/	
				/g/	/%/			
18	56	6	kys. adipová +	210	29,9	703	70,4	50,5
19	56	7	etylénglykol +	175	24,6	710	76,0	52,5
20	56	7	1,4-butándiol	150	21,2	709	79,8	53,5

Niektoré základné vlastnosti vzoriek vnútorne mäččeného polyvinylchloridu pripraveného podľa postupu uvedeného pre príklady 18 až 20.

Zo vzoriek 18 až 20 sa odoberie po 10 g práškoveho polyvinylchloridu a extrahuje 100 gramov metanolu pri teplote varu po dobu 3 h. Z práškových polymérov sa vyextrahuje celkom

to príprava fólií pre meranie fyzikálno-mechanických vlastností je rovnaká ako v príkladoch 9 až 13.

Do pigmentovaných zmesí sa pridá približne 11 % sadzí /Ketjenblack EC/. Namerané výsledky sú uvedené v tabuľke IIIb.

= 42,9 mg KOH/g; obsah vody = 0,035 % hmot.

Po odstránení vzduchu sa pridá 700 g vinylchloridu a začne sa s vyhrievaním na teplotu 56 °C. Pri dosiahnutí tejto teploty celkový pretlak v autokláve dosiahne 1 MPa. Polymerizácia pri uvedenej teplote sa uskutočňuje počas 6 h. Za túto dobu celkový pretlak v autokláve poklesne na 0,6 MPa.

Obsah autoklávu sa potom rýchlo schladí kvantitatívne vyberie. Suspenzný polymér sa odfiltruje, na filtri trikrát premyje teplou vodou, odsaje a vysuší pri teplote 50 °C.

Podľa tohoto postupu sa uskutočnia príklady 18 až 20, ktoré sú zostavené do tabuľky IVa a v tabuľke IVb a IVc sú uvedené niektoré základné vlastnosti takto pripravených vzoriek vnútorne mäččeného polyvinylchloridu.

u vzorky 18 8,2 % hmot. polyesterpolyolu
u vzorky 19 7,4 % hmot. polyesterpolyolu
u vzorky 20 6,8 % hmot. polyesterpolyolu
polymérneho zmäkčovadla.

U vzoriek vnútorne mäččeného polyvinylchloridu podľa príkladov 18 až 20 boli stanovené tieto fyzikálno-chemické vlastnosti uvedené v tabuľke IVb.

T a b u l k a IVb

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladov 18 až 20 /nevyextrahovaná/		
		18	19	20
Sypná hmotnosť	g.dm^{-3}	654	731	610
Sitová analýza				
250 μ	%	8,2	1,2	60,6
100 μ	%	8,2	25,4	24,2
63 μ	%	73,6	74,4	15,2
Absorpcia				
zmäkčovadla	min	3	10	4

Z nevyextrahovaných a extrahovaných vzoriek suspenzného vnútorne mäkkého polyvinylchloridu sa pripravila mäkká fólie za prídavku 1,5 % hmot. zásaditého stearanu olovnatého ako tepelného stabilizátora a 0,5 % hmot. vosku ako vonkajšieho mazadla kalandrovaním pri teplote 150 °C počas 5 min. V tabuľke IVc je uvedená tepelná stabilita vzoriek podľa príkladov 18 až 20.

zátora a 0,5 % hmot. vosku ako vonkajšieho mazadla kalandrovaním pri teplote 150 °C počas 5 min. V tabuľke IVc je uvedená tepelná stabilita vzoriek podľa príkladov 18 až 20.

T a b u l k a IVc

Vlastnosť	Jednotka	Vzorka podľa príkladu 18 až 20					
		18	18E	19	19E	20	20E
Tepelná stabilita pri 150 °C	min	94	94	95	96	98	102

P r í k l a d y 21 až 24

Do skleneného tlakového reaktora o objeme 1 dm³ opatreného temperovacím plášťom kotvovým miešadlom s reguláciou otáčiek a tlakomerom sa vnesie polymérne zmäkčovadlo a sieťovadlo, ktorých druh a množstvo v gramoch /počítané tiež v % hmot. na predpokladané množstvo vzniknutého polyméru/ je uvedené v tabuľke V. Potom sa pridá vodná fáza obsahujúca 18 cm³ vodného roztoku metylhydroxypropylcelulózy o konc. 2,5 % hmot. ako suspenzného činidla, 1,9 cm³ roztoku hydroxidu sodného o konc. 5,1 % hmot. ako "pufračného činidla" a 350 cm³ destilovanej vody. Ďalej sa pridá 0,25 g dilauroylperoxidu a 0,08 g diizopropylperkarbonátu.

Reaktor sa uzavrie a prepláchne malým množstvom vinylchloridu, aby sa vytesnil

vzduch a za miešania /300 ot/min/ sa napustí do reaktora 180 g vinylchloridu.

Obsah reaktora sa rýchlo vyhreje na polymerizačnú teplotu 51 °C, a tým stúpne tlak na 0,75 MPa. Polymerizuje sa pri teplote 51 °C za neustáleho miešania od 350 do 650 ot/min podľa toho, aby sa komponenty udržali v suspenzii do poklesu tlaku z 0,75 MPa na 0,61 MPa. Celková polymerizačná doba sa pohybuje pri tejto teplote podľa obsahu a druhu pridaného polymérneho zmäkčovadla a sieťovadla od 6,5 do 8,5 h.

Po skončení polymerizácie sa obsah reaktora rýchlo ochladí, získaný produkt sa trikrát dekantuje teplou destilovanou vodou, odsaje a suší pri teplote 25 °C.

Podľa tohoto postupu sa uskutočnia príklady 22 až 24, ktoré sú zostavené do tabuľky V.

T a b u l k a V

Príkl. č.	Polymerizačná teplota /°C/	Polymerizačná doba /h/	Polymerne zmäkčovadlo/stabil. činidlo/ Komponenty	Pridané /g/%/	Skutočný obsah /%/	Konverzia /g/. /%/	K hodnota
21	51	8,0	kys. adipová + 1,4-butándiol +	20/1	14,8/0,7	155 75,0	66,3
22	51	8,5	trialylkyanurát	30/1,5	23,4/1,2	158 71,2	-
23	51	6,5	kys. adipová + 1,4-butándiol +	40/3	32/2,4	165 69,4	62,2
24	51	7,0	kopolymér etylén/vinylacetát	35/2	26,9/1,5	167 72,2	69,3

P R E D M E T V Y N Á L E Ž U

Spôsob výroby vnútorne mäkkého polyvinylchloridu, vhodného hlavne pro zemeizolačné účely, vyznačujúci sa tým, že vo vodnom disperznom prostredí, s výhodou v emulzii a/alebo v suspenzii, sa polymerizuje a/alebo kopolymerizuje vinylchlorid za prítomnosti polyesterového polymérneho zmäkčovadla pripraveného polyesterifikáciou dikar-

boxylových kyselín so 4 až 16 atómami uhlíka, s výhodou so 6 až 12 atómami uhlíka, a diolov s 2 až 8 atómami uhlíka, s výhodou etylénglykolu, dietylénglykolu a 1,4-butándiolu, v množstve do 50 % hmot., počítané na vinylchlorid, prípadne tiež alkyl-esterov kyseliny kyanurovej, s výhodou dialyl-kyanurátu a/alebo trialylkyanurátu, a/alebo

etylénvinylacetátového kopolyméru s obsahom 10 až 50 % hmot., s výhodou 30 až 45 % hmot., zakopolymerizovaného vinylacetátu, ako stabilizátora štruktúry polymérnych reťazcov v množstve do 12 % hmot., s výhodou do 5 % hmot., do konverzie vinylchlori-

du 55 až 94 % hmot., s výhodou 70 až 90 % hmot., pri teplote -20 až 80 °C, za tlakov odpovedajúcich príslušnej teplote, pričom vyrobený polymér sa známym spôsobom izoluje a spracuje.