(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 115991842 A
(43)申请公布日 2023.04.21

(21)申请号 202111218473.5

(22)申请日 2021.10.20

(71)申请人 中国石油化工股份有限公司
地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街22号
申请人 中国石化集团重庆川维化工有限公司

(72)发明人 邱萱 曹勇 罗丽华 吴江红 代美容

(74)专利代理机构 重庆弘旭专利代理有限责任公司 50209
专利代理师 周韶红

(51)Int.Cl.
C08F 218/08(2006.01)
C08F 210/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

醋酸乙烯-乙烯共聚乳液及其制备方法

(57)摘要

本发明属于醋酸乙烯酯聚合物技术领域，具体涉及一种醋酸乙烯-乙烯共聚乳液。所述乳液的接触角为55-65°。本发明提高了乳液对粘接材料的粘接性能；显著提高了醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的乙烯含量，用于可再分散乳胶粉，能够显著改善砂浆的柔韧性及耐抗冻开裂性能。

CN 115991842 A

1.醋酸乙烯-乙烯共聚乳液,其特征在于,接触角为55-65°。

2.根据权利要求1所述的醋酸乙烯-乙烯共聚乳液,其特征在于,接触角为58-62°。

3.权利要求1或2所述醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的制备方法,由包括乳化剂在内的原料制备而得,其特征在于,乳化剂用量为原料总质量的10‰-15‰。

4.根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于,所述乳化剂包括环氧乙烷的加成数EO≥40的非离子乳化剂。

5.根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,环氧乙烷的加成数EO为40-60的脂肪醇聚氧乙烯醚和环氧乙烷的加成数EO为40-60的烷基酚聚氧乙烯醚中的一种或多种。

6.根据权利要求3-5任一项所述的制备方法,其特征在于,所述原料还包括聚乙烯醇。

7.根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,所述聚乙烯醇包括聚合度为500-1800且醇解度为86mol%-92mol%的聚乙烯醇中的一种或多种。

8.根据权利要求7所述的制备方法,其特征在于,所述聚乙烯醇包括聚合度为500-800的聚乙烯醇和聚合度为1000-1800的聚乙烯醇的组合物。

9.根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于,聚合度为500-800的聚乙烯醇和聚合度为1000-1800的聚乙烯醇的质量比为6-7:3-4。

10.权利要求1或2醋酸乙烯-乙烯共聚乳液在可再分散乳胶粉中的应用。

醋酸乙烯-乙烯共聚乳液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于醋酸乙烯酯聚合物技术领域，具体涉及一种醋酸乙烯-乙烯共聚乳液及其制备方法。

背景技术

[0002] 为克服聚醋酸乙烯耐水性、耐酸、耐碱、耐老化等方面性能不佳的缺陷，上世纪60年代人们开发了醋酸乙烯-乙烯共聚物乳液(简称EVA乳液或VAE乳液)产品。乙烯链段的引入，减弱了分子链内和分子链之间的相互作用，增加了分子链的活性，即起到了内增塑作用，且该内增塑作用是永久的，不存在低分子量增塑剂所引起的迁移、挥发、渗出等现象(“EVA乳液的进展”，李建宗，粘合剂，1991年第4期，第29页左栏第1段第1-8行，公开日1991年12月31日；“新型VAE乳液及其在胶粘剂中的应用”，刘冰坡等，中国胶粘剂，2005年第14卷第7期，第24页左栏第1段第1行，公开日2005年7月31日)。

[0003] 醋酸乙烯-乙烯共聚乳液是乙烯和醋酸乙烯在辅料参与下共聚而成的，具有成膜温度低、力学性能优异、贮存稳定性优异等优点，且无毒无味、对多种材质表面具有较好的粘接效果，在胶粘剂、皮革加工、建筑、烟草、覆膜胶、复合材料、包装、纺织、木材加工、涂料、地毯、纸张加工、无纺布等领域均得到了广泛应用(“EVA乳液生产工艺与市场分析”，郭笑等，工程技术，2007年第3卷，第242页左栏第1段第1行至第2段第6行，公开日2007年12月31日；“EVA乳液的应用及改性研究进展”，罗石等，皮革科学与工程，2006年第16卷第6期，第51页右栏第1段第1-3行，公开日2006年12月31日；“EVA乳液生产工艺与市场分析”，陈兆岩等，辽宁化工，2008年第37卷第6期，第405页右栏第3段第1-5行，公开日2008年6月30日)。

[0004] 然而，现有的醋酸乙烯-乙烯共聚乳液对于难粘材料的粘接性能不佳。

发明内容

[0005] 有鉴于此，本发明的目的在于提供一种对于难粘材料的粘接性能优异的醋酸乙烯-乙烯共聚乳液。

[0006] 除特别说明外，本发明所述份数为质量份。

[0007] 醋酸乙烯-乙烯共聚乳液，其接触角为55-65°。

[0008] 进一步，所述醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的接触角为58-62°

[0009] 本发明的目的还在于保护醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的制备方法，由包括乳化剂在内的原料制备而得，乳化剂用量为原料总质量的10‰-15‰。

[0010] 优选的，乳化剂用量为原料总质量的10‰。

[0011] 优选的，所述乳化剂包括环氧乙烷的加成数EO≥40的非离子乳化剂。

[0012] 优选的，所述非离子乳化剂包括环氧乙烷的加成数EO为40-60的脂肪醇聚氧乙烯醚和环氧乙烷的加成数EO为40-60的烷基酚聚氧乙烯醚中的一种或多种。

[0013] 优选的，所述原料还包括聚乙烯醇。

[0014] 优选的，所述聚乙烯醇包括聚合度为500-1800且醇解度为86mol％-92mol％的聚

乙烯醇中的一种或多种。

[0015] 优选的，所述聚乙烯醇包括聚合度为500-800的聚乙烯醇和聚合度为1000-1800的聚乙烯醇的组合物。

[0016] 优选的，聚合度为500-800的聚乙烯醇和聚合度为1000-1800的聚乙烯醇的质量比为6-7:3-4。

[0017] 优选的，聚合度为500-800的聚乙烯醇和聚合度为1000-1800的聚乙烯醇的质量比为7:3。

[0018] 本发明的目的还在于保护所述醋酸乙烯-乙烯共聚乳液在可再分散乳胶粉中的应用。本发明的有益效果在于：

[0019] 本发明显著提高了乳液对粘接材料的粘接性能。

[0020] 本发明显著提高了醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的乙烯含量。

[0021] 本发明的醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的乙烯含量高，用于可再分散乳胶粉，能够显著改善砂浆的柔韧性及耐抗冻开裂性能。

具体实施方式

[0022] 所举实施例是为了更好地对本发明的内容进行说明，但并不是本发明的内容仅限于所举实施例。所以熟悉本领域的技术人员根据上述发明内容对实施方案进行非本质的改进和调整，仍属于本发明的保护范围。

[0023] 实施例1

[0024] 醋酸乙烯-乙烯共聚乳液，具体采用以下原料按照以下步骤制备而得：

[0025] A.原料准备

[0026] 在槽A中加入0.1份叔丁基过氧化氢和3份去离子水，搅拌使溶解，得到氧化剂溶液；

[0027] 在槽B中加入0.2份抗坏血酸和3份去离子水，搅拌使溶解，得到还原剂溶液；

[0028] 在槽C中加入1.4份PVA0588、0.6份PVA1792和10份去离子水，升温搅拌使溶解，得到保护胶体溶液；

[0029] 将0.1份醋酸锌和2份去离子水混合均匀，得到pH调节剂溶液；

[0030] B.投料生产

[0031] 向反应釜内加入1份乳化剂15S-40(EO数为40)、配制好的pH调节剂溶液、20份去离子水和配制好的保护胶体溶液，搅拌均匀后加入5.5份醋酸乙烯，升温并通入乙烯升压；

[0032] 当温度升到52℃，压力达到4.5MPa时，开始以0.03kg/min的速率加入氧化剂溶液和还原剂溶液，当釜内温度达到78℃，乙烯压力升至7.5MPa时，于210min内匀速加入49.5份醋酸乙烯，氧化剂溶液和还原剂溶液的加料速率调整为0.1kg/min，并控制反应釜温度为85℃；

[0033] 醋酸乙烯加完后，关闭乙烯，剩余的氧化剂溶液和还原剂溶液的加料速率控制在0.2kg/min，30min后调整为1kg/min，直至加完；

[0034] 随后降至常温、常压，过滤、出料。

[0035] 实施例2

[0036] 醋酸乙烯-乙烯共聚乳液，具体采用以下原料按照以下步骤制备而得：

[0037] A.原料准备

[0038] 在槽A中加入0.2份过氧化二叔丁基和4份去离子水，搅拌使溶解，得到氧化剂溶液；

[0039] 在槽B中加入0.2份抗坏血酸和4份去离子水，搅拌使溶解，得到还原剂溶液；

[0040] 在槽C中加入2.1份PVA0588、0.9份PVA1788和10份去离子水，升温搅拌使溶解。

[0041] 得到保护胶体溶液；

[0042] 将0.2份醋酸钠和3份去离子水混合均匀，得到pH调节剂溶液；

[0043] B.投料生产

[0044] 向反应釜内加入1.0份乳化剂TO-40(EO数为40)、0.5份乳化剂TX-50(EO数为50)、配制好的pH调节剂溶液、24份去离子水和配制好的保护胶体溶液，搅拌均匀后加入17.4份醋酸乙烯，升温并通入乙烯升压；

[0045] 当温度升到54℃，压力达到5.5MPa时，开始以0.04kg/min的速率加入氧化剂溶液和还原剂溶液，当釜内温度达到75℃，乙烯压力升至8.0MPa时，于180min内均匀加入40.6份醋酸乙烯，氧化剂溶液和还原剂溶液的加料速率调调为0.15kg/min，并控制反应釜温度为83℃；

[0046] 醋酸乙烯加完后，关闭乙烯，剩余的氧化剂溶液和还原剂溶液的加料速率控制在0.3kg/min，30min后调整为3kg/min，直至加完；

[0047] 随后降至常温、常压，过滤、出料。

[0048] 实施例3

[0049] 醋酸乙烯-乙烯共聚乳液，具体采用以下原料按照以下步骤制备而得：

[0050] A.原料准备

[0051] 在槽A中加入0.15份过氧化二叔丁基和5份去离子水，搅拌使溶解，得到氧化剂溶液；

[0052] 在槽B中加入0.2份异抗坏血酸钠和5份去离子水，搅拌使溶解，得到还原剂溶液；

[0053] 在槽C中加入1.75份PVA0588、0.3份PVA1388、0.45份PVA1788和10份去离子水，升温搅拌使溶解，得到保护胶体溶液；

[0054] 将0.2份醋酸钠和2份去离子水混合均匀，得到pH调节剂溶液；

[0055] B.投料生产

[0056] 向反应釜内加入1.2份乳化剂NP-50(EO数为50)、配好的pH调节剂溶液、18份去离子水和配制好的保护胶体溶液，搅拌均匀后加入11份醋酸乙烯，升温并通入乙烯升压；

[0057] 当温度升到55℃，压力达到4.9MPa时，开始以0.05kg/min的速率加入氧化剂溶液和还原剂溶液，当釜内温度达到76℃，乙烯压力升至8.5MPa时，于200min内匀速加入44份醋酸乙烯，氧化剂溶液和还原剂溶液的加料速率调整为0.15kg/min，并控制反应釜温度为86℃。

[0058] 醋酸乙烯加完后，关闭乙烯，剩余的氧化剂溶液和还原剂溶液的加料速率控制在0.2kg/min，30min后调整为3kg/min，直至加完；

[0059] 随后降至常温、常压，过滤、出料。

[0060] 对比例1

[0061] 本对比例与实施例1的区别在于：乳化剂15S-40的用量为0.3份。

[0062] 对比例2

[0063] 本对比例与实施例1的区别在于:采用的乳化剂为15S-9(EO数为9)。

[0064] 性能检测

[0065] 检测实施例1-4及对比例1-2制得的醋酸乙烯-乙烯共聚乳液的乙烯含量和接触角及T-剥离强度,结果如表1所示;

[0066] 其中,乙烯含量按照《GB/T27573-2011乙酸乙烯酯-乙烯共聚乳液》进行检测;

[0067] 接触角采用德国KRUSS公司的视频接触角测定仪DSA100进行检测。

[0068] T-剥离强度按照《GB/T2791-1995胶粘剂T剥离强度试验方法挠性材料对挠性材料》进行测定。

[0069] 表1性能检测结果

[0070]

检测项目	实施例1	实施例2	实施例3	对比例1	对比例2
乙烯含量/wt%	25.1	25.2	26.5	20.3	18.8
接触角/°	61.36	59.42	58.27	72.32	70.96
T-剥离强度/(KN/m)	1.453	1.378	1.431	0.891	0.762

[0071] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。