

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București



(11) Nr. brevet: **107673 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 09 J 133/00;
C 09 J 133/12; C 09 J 109/04;
C 08 F 220/06

BREVET DE INVENȚIE

(12)

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **145893**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **10.09.90**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.12.93 BOPI nr. 12/93

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 101700; 70868; 62559; 99338; US 3448178;
4038454; GB 923850

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: Institutul de Chimie Macromoleculară " Petru Poni ", Iași, RO

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: Chiriac Aurica, Neamțu Iordana, Rusan Viorica, Iași, RO

(54) Procedeu de obținere a unui latex termoreticulabil, pe bază de esteri ai acidului metacrilic

(57) Rezumat: Invenția se referă la un procedeu de obținere a latexurilor termoreticulabile, pe bază de esteri ai acidului metacrilic, utilizate ca agenți de încliere la lipirea suporturilor poroase, în industria de prelucrare a lemnului, mobilei și ceramicii. Latexurile termoreticulabile în dispersie apoasă se obțin prin copolimerizarea în emulsie a amestecului de comonomeri: metacrilat de 2-etilhexil/metacrilat de metil/stiren/acrilamidă/metacrilat de 2-etilhexil/acrilat de etil/stiren/acid acrilic sau metacrilic de 2-etilhexil/metacrilat de metil/stiren/acid acrilic, având compoziția inițială a amestecului de co-

monomeri: 65-75/16-10/6-10/13-5 sau 60-65/10-15/20-15/10-5 sau 60-65/10-15/15-20/5-10 calculată în procente, în prezență de inițiator radicalic persulfat de potasiu 0,5-1 %, sistem tensioactiv anionic/neionic 1:1 = di-2etilhexil-sulfosuccinat de sodiu/nonilfenolpolietoxilat (n=16) 3 ... 6 %, stabilizator de pH carbonat acid de sodiu 0,15 - 1 % și un raport comonomeri: mediu de reacție = 1:1. Peliculele realizate din aceste latexuri sunt elastice și cu adezivitate bună la lipirea suporturilor poroase.

Revendicări: 1

RO 107673 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a unui latex termoreticulabil, pe bază de esteri ai acidului metacrilic, având drept componentă principală metacrilatul de 2-etilhexil, copolimerizat cu metacrilat de metil, stiren și acrilamidă sau metacrilat de 2-etilhexil acrilat de etil, stiren, acid acrilic, sau metacrilat de 2-etilhexil, metacrilat de metil, stiren, acid acrilic, utilizat ca agent de încheiere la lipirea suporturilor poroase, în industria de prelucrarea lemnului, mobilei și ceramice.

Se cunosc produse adezive, reticulabile la temperatură, obținute prin copolimerizarea în emulsie apoasă a unui amestec inițial de monomeri, constituit din acetat de vinil, acrilat de etil, metacrilat de metil, acrilamidă, care prezintă dezavantajul că în absența plastifiantilor produc o peliculă rigidă.

Scopul invenției este extinderea gamei de utilizări a monomerilor metacrilici indigeni prin realizarea de noi produse adezive termoreticulabile.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea fazelor de lucru, a componentelor și a condițiilor optime, de obținere a latexurilor termoreticulabile, pe bază de esteri ai acidului metacrilic, care să conducă la pelicule flexibile după reticulare.

Conform procedurii din prezenta invenție latexurile termoreticulabile pe bază de esteri ai acidului metacrilic, conform invenției, înlătură dezavantajele, prin aceea că se supune

copolimerizării, în emulsie, un amestec pe bază de acrilat constituit din : 65 ... 75 % metacrilat de 2-etilhexil, 16 ... 10 % metacrilat de metil, 6 ... 10 % stiren, 13 ... 5 % acrilamidă, sau 60 ... 65 % metacrilat de 2-etilhexil, 10 ... 15 % acrilat de etil, 20 ... 15 % stiren, 10 ... 5 % acid metacrilic, sau 60 ... 65 % metacrilat de 2-etilhexil, 10 ... 15 % metacrilat de metil, 10 ... 20 % stiren, 5 ... 10 % acid metacrilic în prezență de 0,5 ... 1 % inițiator radicalic, persulfat de potasiu, 3 ... 6 % sistem tensioactiv anionic/neionic 1:1, di-2-etilhexil sulfosuccinat de sodiu/nonilfenolpolietoxilat cu grad de etoxilare $n=16$, stabilizator de pH carbonat acid de sodiu și un raport comonomeri : mediu de reacție 1:1.

Invenția de față prezintă avantajul că se obțin latexuri termoreticulabile, pe bază de esteri ai acidului metacrilic, în dispersie apoasă, stabile fizic, cu proprietăți de adezivitate și elasticitate ale peliculei.

Se dau, în continuare, trei exemple de realizare a latexurilor termoreticulabile, pe bază de esteri ai acidului metacrilic.

Exemplul I. Se supun reacției de copolimerizare, în emulsie continuă, comonomerii preemulsionați, care se introduc sub formă de film continuu, în vasul de reacție, unde se află celelalte componente ale sistemului, în cantitățile menționate în tabelul 1, varianta A.

Tabelul I

Date de compoziție chimică, ale copolimerilor sintetizați

Componentele sistemului	Compoziție inițială, % Varianta de copolimer		
	A	B	C
Metacrilat de 2-etilhexil	68	60	64
Metacrilat de metil	16		13
Acrilat de etil		14	
Stiren	8	20	15
Acid acrilic		6	8
Acrilamidă	8		
di-2-etilhexil sulfosuccinat de Na	3	3	3
Nonilfenolpolietoxilat ($n=16$)	3	3	3
Persulfat de potasiu	0,7	0,7	0,7
Carbonat acid de sodiu	0,15	0,15	0,15
Apa	106,85	106,85	106,85

Sinteza decurge la 70 ... 75°C, timp de 5 ... 6 h, sub agitare continuă (60 tur/min) cu dozarea continuă a amestecului de comonomeri preemulsionați (viteză de dozare = 1,1 ml/min), cu postrtrament termic, la

80°, timp de 1 h. Se obține o dispersie omogenă, alb-albăstruie, stabilă coloidal, cu proprietăți menționate în tabelul 2, varianta A. Pelicula realizată din dispersia de copolimer este transparentă și elastică.

Tabelul 2

Unele caracteristici ale latexurilor obținute, conform celor trei variante de sinteză

CARACTERISTICA	Varianta de copolimer		
	A	B	C
În dispersie			
aspect/culoare	omogen/ alb-albăstrui	omogen/ alb-albăstrui	omogen/ alb-albăstrui
pH	3-4	3-4	3-4
conținut în substanță uscată, %	49-50	49-50	49-50
dimensiunea particulelor	sub 1	sub 1	sub 1
vâscozitate x 10 ³ , cP	40	35	40
Conductibilitate electrică, mS	0,40	0,45	0,40
Tensiune superficială, dyne/cm	38	37	38
În peliculă			
temperatură inițială de descompunere, °C	210	205	210
temperatură maximă de descompunere, °C	340	340	340
pierdere în greutate pe intervalul: T _i -T _{max} de descompunere	40	41	40
energie globală de descompunere, kcal/mol	47	47	46,5
alungire, %	310	330	320
alungire remanentă, %	94	85	90
rezistență la forfecare, g•f	90	88	92

Exemplul 2. Se supune reacției de copolimerizare ca și în exemplul 2, componentele de reacție, menționate în tabelul 1, varianta B. Latexul obținut prezintă în dispersie și în peliculă caracteristicile menționate în tabelul 2, varianta B.

Exemplul 3. Se supune reacției de copolimerizare, ca și în exemplul 1, amestecul de comonomeri, menționat în tabelul 1, varianta C.

Se obține un latex stabil fizic și în timp cu caracteristicile menționate în tabelul 2, varianta C.

Revendicare

Procedeu de obținere a unui latex termoreticulabil, pe bază de esteri ai acidului

metacrilic, utilizat ca agent de înclieiere la lipirea suporturilor poroase, în industria de prelucrarea lemnului, mobilei și ceramicii, caracterizat prin aceea că se supune copolimerizării în emulsie continuă, un amestec pe bază de acrilat, constituit din 65 ... 75 % metacrilat de 2-etilhexil, 16 ... 10 % metacrilat de metil, 6 ... 10 % stiren, 13 ... 5 % acrilamidă, sau 60 ... 65 % metacrilat de 2-etilhexil, 10 ... 15 % acrilat de etil, 20 ... 15 % stiren, 10 ... 5 % acid metacrilic, sau 60 ... 65 % metacrilat de 2-etilhexil, 10 ... 15 % metacrilat de metil, 15 ... 20 % stiren, 5 ... 10 % acid metacrilic, în prezență de 3 ... 6 % sistem tensioactiv anionic/neionic 1:1 de *di*-2-etilhexilsulfosuccinat de sodiu/nonil-fenolpolietoxilat ($n=16$), 0,5 ... 1 % inițiator radicalic persulfat de potasiu, 0,15 ... 1 % stabilizator de pH - carbonat acid de sodiu, la un raport comonomeri/mediu de reacție 1:1.

Președintele comisiei de examinare: chim. Iliescu Octavian
Examinator: fiz. Coliu Elena