



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

195295
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 08 F 14/06 ✓

(22) Přihlášeno 30 06 75
(21) [PV 4626-75]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 16 08 74
(498488) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 28 04 79

(45) Vydáno 15 12 82

(72)

Autor vynálezu

KRAFT PAUL, SPRING VALLEY (Sp. st. a.)
a IL JIN JUNG, SEOUL (Jižní Korea)

(73)

Majitel patentu

STAUFFER CHEMICAL COMPANY, DOBBS FERRY (Sp. st. a.)

(54) Způsob emulzní polymerace vinylchloridu

1

Předmětem vynálezu je způsob emulzní polymerace vinylchloridu.

Jak známo, dochází při emulzní polymeraci vinylchloridu ke značnému usazování polymeru na vnitřních stěnách polymeračního reaktoru, který je proto třeba občas čistit, což je jednak nákladné, jednak to spotřebovává dosti času. Z toho důvodu stává potřeba způsobu emulzní polymerace polyvinylchloridu, při němž se podstatně sníží množství usazeného polymeru, čímž také poklesne počet a četnost čištění reaktoru.

Základní postup při emulzní polymeraci polyvinylchloridu (PVC) je známý. V podstatě zahrnuje polymeraci monomeru vinylchloridu, buď samotného nebo v kombinaci s kterýmkoliv ze známých monomerů, které je možno s ním kopolymerovat, ve vodném prostředí. Výrazem „polyvinylchlorid“ se zde rozumí jak homopolymery, tak kopolymery polyvinylchloridu, a tyto monomery jsou přítomny v množství asi 10 až 50 % hmot., vztaženo na vodné emulzní polymerační prostředí. Polymerační prostředí rovněž obsahuje asi 0,01 až asi 2,0 % hmot. vodorozpustného katalyzátoru, například persíranu amonného, sodného nebo draselného, peroxidu vodíku nebo redukčně oxidační soustavu, jako je směs persíranu s kyselým siřičitanem, thiosulfátem nebo hydrosiřičitanem al-

2

kalického kovu. Polymerační prostředí rovněž obsahuje 0,2 % hmot. až 5 % hmot. vhodného emulgátoru. Je známa široká řada vhodných emulgátorů. Příkladem takovýchto emulgátorů jsou natriumlaurylsulfát, kaliumstearát, alkylbenzensulfonát, amoniumpyridylsulfosukcinát apod. Polymerace se obvykle provádí při teplotě přibližně 35 až 70 °C, s výhodou při teplotě přibližně 40 až 55 °C, za vlastního tlaku v autoklávu.

Sodné soli kyselin alkylsulfonantárových jsou známou skupinou komerčně dostupných emulgátorů, o nichž je zmínka v McCutcheonově příručce „Detergenty a emulgátory“, 1969, str. 30. Například v DE zveřejňovacím spisu DOS 2 225 788 se uvádí použití dvojsodné soli kyseliny isodecylsulfonantárové jakožto emulgátoru při emulzní polymeraci vinylchloridu.

Způsob podle vynálezu k emulsní polymeraci vinylchloridu v přítomnosti emulgátoru se vyznačuje tím, že se polymerace provádí v polymeračním prostředí, obsahujícím poloester monosodné soli kyseliny sulfoantárové s isodekanolem v množství 0,5 až 3 hmotnostní procenta, jakožto emulgátor a boritan amonný nebo boritan alkalického kovu v množství 0,01 až 3 hmotnostní %, vztaženo na polymerační prostředí.

Výhodným emulgátorem pro použití při

způsobu podle vynálezu je Aerosol 268, výrobek firmy American Cyanamid Company, což je 50% roztok poloesteru monosodné soli kyseliny sulfojantarové s isodekanolem.

Výrazem „boritany“ se v této souvislosti rozumějí: boritan amonný $\text{NH}_4\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, bezvodý borax $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, pentahydrát boraxu $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dekahydrát boritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ a tetra-boritan draselný $\text{K}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Do polymeračního prostředí se boritan může přidat jako takový nebo se může v tomto prostředí vyrobit přidavkem ekvimolárních množství kyseliny borité a hydroxidu nebo kyselého uhličitanu amonného nebo hydroxidu nebo kyselého uhličitanu alkalického kovu. Výhodnými boritany jsou výše uvedené boritany sodné. Množství použitého boritanu má být v rozmezí asi 0,01 až 3 % hmot., vztaženo na polymerační prostředí, s výhodou asi 0,01 až 1 % hmot.

Při provádění emulzní polymerace polyvinylchloridu za použití poloesteru monosodné soli kyseliny sulfojantarové s isodekanolem boritanu amonného nebo boritanu alkalického kovu je množství usazeného polymeru nižší, než když se polymerace provádí za použití běžných emulgátorů samotných nebo v kombinaci s jinými přísadami.

Příklad 1

Provede se kontrolní emulzní polymerace, při níž se do polymeračního reaktoru vnesou tyto látky:

Látka	Množství (v gramech)
monomer vinylchloridu	2512
persíran amonný	5,0
natriumlaurylsulfát (Sipex UB, Alcolac Chemical corp. — 10% roztok)	362,5
destilovaná voda	4250

pH této vsázky je přibližně 4,5. Teplota se udržuje na přibližně 55 °C a reakční směs míchá asi 2 hodiny, během kteréžto doby hodnota pH klesne na přibližně 2,1. Pak se reakce ukončí, obsah reaktoru se nechá zchladnout; krupičnatá usazenina polymeru je patrná na přepážkách, míchadle, dolní části postranních stěn a na dně reaktoru.

Příklad 2

Do dalšího polymeračního reaktoru se vnesou tyto látky:

Látka	Množství (v gramech)
monomer vinylchloridu	2350
persíran amonný	4,5
poloester natriumsulfosukcinátu s isodekanolem jakožto emulgátor (Aerosol 268; 5% roztok)	400
destilovaná voda	3200
boritan sodný	5,0

Směs, jehož pH činí 8,6, se zahřeje na teplotu 55 °C, při níž se míchá po asi 4,5 hodiny, během kteréžto doby je pH v rozmezí 3,5 až 4,0. Po skončení reakce jsou v reaktoru patrné jen nepatrné usazeniny polymeru na dolní části stěn a na dně reaktoru. V horní části stěn jsou velmi čisté a velmi malé množství usazenin je patrné na přepážkách a na míchadle. Dosáhne se asi 50% zlepšení ve srovnání s kontrolní polymerací popsanou v příkladu 1.

Příklad 3

Opakuje se postup, popsaný v příkladu 2, v nevymytém reaktoru z tohoto příkladu; po reakci, trvající asi 6,5 hodiny je patrné totéž obecně nízké množství usazenin polymeru.

Příklad 4

Do nevymytého reaktoru z příkladu 3 se vnesou tyto látky:

Látka	Množství (v gramech)
monomer vinylchloridu	2530
persíran amonný	5,85
Aerosol 268 (5% roztok) (roztok poloesteru natriumsulfosukcinátu s isodekanolem, obsahující 50 % sušiny)	400
destilovaná voda	3200
boritan sodný	5

pH reakční směsi je asi 8,5; reakční směs se zahřívá při teplotě přibližně 55 °C po asi 6 hodin. pH směsi na konci zahřívání činí 4,0. Vnitřek reaktoru obsahuje méně usazenin polymeru než reaktor, popsaný v příkladu 1, po skončení polymerační reakce.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob emulzní polymerace vinylchloridu v přítomnosti emulgátoru, vyznačující se tím, že se polymerace provádí v polymeračním prostředí, obsahujícím poloester monosodné soli kyseliny sulfojantarové s isodekanolem v množství 0,5 až 3 hmotnostní procenta, jakožto emulgátor a boritan amonný nebo boritan alkalického kovu v množství 0,01 až 3 hmotnostní %, vztaženo na polymerační prostředí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se boritan použije v množství 0,01 až 1 hmotnostní %, vztaženo na polymerační prostředí.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se použije boritanu ze skupiny, za-

hrnující boritan amonný, boritan sodný a boritan draselný.

4. Způsob podle bodu 3, vyznačující se tím, že se použije boritanu sodného.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se boritan přidá do polymeračního prostředí.

6. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se boritan vyrobí v polymeračním prostředí přidáním kyseliny borité a sloučeniny ze skupiny, zahrnující hydroxid a kyselý uhličitan amonný a hydroxidy a kyselé uhličitany alkalických kovů, do polymeračního prostředí.

7. Způsob podle bodu 6, vyznačující se tím, že se použije hydroxidu nebo kyselého uhličitanu sodného.