

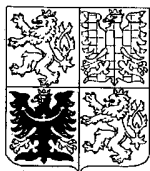
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2000 -210

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **23.07.1998**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **28.07.1997**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1997/19732333**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17.01.2001**
(Věstník č. 1/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/DE98/02072**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/06474**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 08 J 3/12

//(C 08 L 31:04)

(71) Přihlašovatel:

BUNA SOW LEUNA OLEFINVERBUND GMBH,
Schkopau, DE;

(72) Původce:

Rothenhäusser Bernd, Halle, DE;
Kühn Hartmut, Halle, DE;
Elsässer Dominik, Samstagern, CH;
Walter Ulf-Jürgen, Merseburg, DE;
Kiesel Volker, Halle, DE;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,
14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob výroby redispergovatelných prášků s
dobrým "instantním" chováním**

(57) Anotace:

Způsob výroby volně tekoucích, blokově pevných
redispergovatelných prášků na bázi polymerů s dobrým
"instantním" chováním, rozprašovacím sušením, kde je povrch
prášku parciálně hydrofobizován tak, že se polymerní disperze
postříká hydrofilním protiblokovým prostředkem s 0,1 až 25
% hmotn. hydrofóbního prostředku, výhodně kyselinou
křemičitou, modifikovanou dimethylchlorsiloxanem. Použití
prášků např. jako lepidla pro dlaždičky a tapety, malty pro
opravy, suché barvy.

CZ 2000 - 210 A3

Způsob výroby redispergovatelných prášků s dobrým "instantním" chováním

Oblast techniky

Vynález se týká redispergovatelných prášků pro lepidla, které se vyznačují velmi dobrým "instantním" chováním.

Tato lepidla nacházejí použití především v oblasti domácích kutilů, kde není v žádném případě možné provádět použitím příslušné techniky intenzivní promísení s rozdělovací vodou. Jejich oblastí použití jsou hlavně lepidla pro dlaždičky, malty pro opravy, tapetová lepidla a suché barvy.

Zde záleží především na tom, aby se technicky uživatelská kompozice při nasypání do vody velmi rychle smočila a rozpustila se bez tvorby hrudek. Základem pro to je "instantní" chování použitého redispergovatelného prášku. Tento se skládá z redisperzního a smáčivého chování prášku.

Redisperze je důležitou vlastností pro jakost prášku. Čím vyšší je stupeň redispergovatelnosti, tím více se blíží vlastnosti redisperze jejich výchozí disperzi a určuje se tím vlastnostní úroveň prášku.

Pod pojmem "instantní" chování je třeba rozumět nejen stupeň redisperze, nýbrž také především samotné rozpustné a smáčivé chování prášku, které zaručuje, že může být prášek rozpuštěn bez tvorby hrudek a také bez použití intenzivní míchací techniky.

Zatímco redisperze prášku se ovlivňuje hlavně pomocným rozprašovacím prostředkem, je smáčivé chování určeno chemickou vlastností povrchu zrna prášku. Toto může být ovlivněno příkladně protiblokovým prostředkem, ulpívajícím na povrchu a jinými chemickými přísadami.

Dosavadní stav techniky

K tomu patří mimo jiné vysoko disperzní kyseliny křemičité, jak jsou tyto popsány ve spisu DE 2214410. Jejich množství použití činí 4 až 20 %hm., vztaženo na kopolymery polyvinylacetát/etylen. Takto vyrobené prášky mají ale vysoký podíl jemných zrn a mají proto sklon k rozprachu. Dále toto vede při vnesení do vody ke sklonu tvorby hrudek, které mohou být odstraněny pouze intenzivním procesem míchání.

Spis DE 26144261 popisuje dále v podobném způsobu použití 2 až 20%hm kyseliny křemičité jako protiblokového prostředku pro polyvinylacetát a jiné kopolymery vinylacetátu. Také zde platí shora uvedené nevýhody.

Kromě toho jsou ve spisu DE 1719317 uvedeny jako hydrofilní protiblokové prostředky křemelina, jíly, lehké živce, cementy a křemičité hlinky v množství od 5 až 20 %hm.

Spis DE 3101413 popisuje proti tomu použití hydrofóbních silikátů v množství 0,1 až 2 %hm pro výrobu prášku na základě vinylsterů. Výhoda tohoto způsobu spočívá ve výrobě bezprašného prášku, jehož film, tažený z redisperze, je transparentní. Také prášky, vyrobené tímto způsobem potřebují intenzivní proces rozmíchání.

Podstata vynálezu

Úlohou vynálezu je proto vyvinout způsob, který dovoluje vyrobit pásky, které se vyznačují dobrým "instantním" chováním. Kromě známých výhod bezprašnosti se musí vyznačovat mimo jiné dobrým blokovým chováním a dobrou redispergovatelností.

Úloha je dosahována částečnou hydrofóbní úpravou povrchu prášku tím, že se disperze postříká známým způsobem hydrofilním proti-

blokovým prostředkem a k tomuto hydrofilnímu protiblokovému prostředku se přidá 0,1 až 25 %hm., výhodně 0,4 až 8 %hm. hydrofóbního prostředku, jako hydrofóbní kyseliny křemičité.

Takovéto hydrofóbní kyseliny křemičité jsou popsány například ve spisu DE 21 29 522. Jedná se přitom o hydrofilní kyseliny křemičité, modifikované dimethylchlorsiloxanem. Modifikace probíhá přitom reakcí kyseliny křemičité s příslušnou sloučeninou organochlorsiloxanu.

Prášky podle vynálezu jsou prášky na bázi polyvinylacetátu, kopolymerů a terpolymerů polyvinylacetátu jako například vinylacetát/veova, vinylacetát/etylen nebo vinylacetát/veova/butylakrylát, akryláty, jakož i kopolymery s obsahem styrenu. Tyto se vyrábějí tak, že se disperze dopravuje nakonec pomocí rozprašovacího sušicího procesu.

Příklady provedení vynálezu

Následující příklady slouží k dalšímu objasnění vynálezu a ozřejmují výhody způsobu podle vynálezu na základě dosažených vlastnostních hodnot.

Příklady 1 a 2 představují porovnávací příklady, objasňují tím stav techniky a nejsou podle vynálezu.

V rozprašovací sušárně se rozprašují disperze, uvedené v tabulce 1, za přítomnosti uvedených přísad. Ve všech případech byly obdrženy sypké prášky.

Tabulka 1: Rozprašovací receptury jednotlivých příkladů

příklad	polymer	modifikovaný protiblokový prostředek
1	90 % hm. vinylacetát 10 % hm. etylen	15 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní
2	100 % hm. vinylacetát	2 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
3	100 % hm. vinylacetát	10 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,5 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
4	10 % hm. etylen 90 % hm. vinylacetát	8 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,6 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
5	15 % hm. etylen 85 % hm. vinylacetát	15 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,8 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
6	40 % hm. veova 10 60 % hm. vinylacetát	20 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 1,6 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
7	40 % hm. veova 10 60 % hm. vinylacetát	10 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,1 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
8	40 % hm. veova 10 60 % hm. vinylacetát	10 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,15 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
9	10 % hm. butylakrylát 20 % hm. veova 10 70 % hm. vinylacetát	15 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,2 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní
10	10 % hm. butylakrylát 20 % hm. veova 10 70 % hm. vinylacetát	10 % hm. kyselina křemičitá, hydrofilní 0,04 % hm. kyselina křemičitá, hydrofóbní

veova 10 : vinyl ester kyseliny versalíkové

Ze vzniklých prášků bylo stanoveno blokové chování následující cestou.

50 cm³ prášku se naplní do kovového válce s vnitřním průměrem 60 mm a výškou 150 mm. Poté se použije lisovník o hmotnosti 5000 g a vzorek se skladuje při 20°C 24 hod.

Potom se prášková tableta pomalu vytlačí z válce a posuzuje pomocí následující stupnice:

Poznámka

- 1 žádná prášková tableta
- 2 práškovou tabletu není možno uchytit prsty
- 3 práškovou tabletu je možno uchytit prsty

- 4 prášková tableta se rozpadá při lehkém dotyku prstu
- 5 prášková tableta se rozpadá po kouskách
- 6 prášková tableta zůstává pevně zformována

Dále se určí "instantní" chování následujícím způsobem:

2 g prášku se se nasype kopistí na vodní hladinu o velikosti 79 cm^2 (800 ml kádinka) z výšky 10 cm a chování prášku se posuzuje podle následující stupnice:

Poznámka

- 1 Prášek se rychle rozvrství, vyplní přitom celou hladinu a klesá bez tvorby hrudek ke dnu.
- 2 Prášek se rozvrství pomalu; tvoří na hladině ostrůvky, které vedou při poklesu ke hrudkám.
- 3 Prášek se sotva rozvrství a tvoří z velké části na hladině hrudky.

Dobré "instantní" chování je vyznačeno v poznámce 1. Pouze při tomto chování je zaručeno, že se dá konečný produkt bezproblémově vmíchat.

Redispergovatelnost prášku je charakterizována polydisperzitou. K tomu se určí 10%ní redisperze přístrojem pro měření velikosti částic objemová a střední číselná hodnota velikosti částic a z toho se vypočte polydisperzita (U). Polydisperzita < 2 tak udává velmi dobrou redispergovatelnost.

Vlastnosti prášků, vyrobených podle tabulky 1 jsou shrnuty v tabulce 2.

Tabulka 2: Vlastnosti prášků, vyrobených v příkladech
1 až 10

příklad	zbytková vlhkost [%]	bloková pevnost (poznámka)	velikost částic (mv) [nm]	velikost částic (mn) [nm]	polydisperzita (mv/mn)-1 [nm]	"instantní" chování poznámka
1	1,6	2	1680	940	0,79	2
2	1,5	1-2	1940	920	1,11	3
3	1,9	2	1720	960	0,79	1
4	1,45	1-2	2100	1000	1,10	1
5	1,55	1	2050	850	1,41	1
6	1,65	1	1960	890	1,20	1
7	1,45	1-2	1890	910	1,08	1
8	1,75	2	1950	930	1,10	1
9	1,4	1	2200	960	1,29	1
10	1,25	2	2400	940	1,55	1

Příklad 1:

Polymery z tabulky 1 byly poprášeny podle spisu DE 2214410 do formy emulze uvedenou směsí protiblokového prostředku. Vznikl volně tekoucí, redispergovatelný prášek s dobrým blokovým chováním. Redispergovatelnost prášku mohla být na základě polydisperzity ohodnocena jako velmi dobrá.

V "instantním" testu se však ukázal jako zcela nedostatečný a musel být ohodnocen poznámkou 5.

Příklad 2:

Prášek, vyrobený za podmínek, uvedených v tab. 1 podle DE 2514461 byl volně tekoucí, ukázal velmi dobré blokové a sedimentační chování. V "instantním" chování jej bylo třeba však velmi špatně ohodnotit, poněvadž také po intenzivním míchání se vyskytoval na hladině velký počet ostrůvků.

Příklad 3:

Bylo pracováno podle vynálezu podle tab.1. Disperze byla vnesena do rozprašovací věžové sušárny a převedena na prášek. Vstupní teplota sušárny činila 120°C, výstupní teplota byla 60°C.

Protiblokový prostředek byl přidán jako směs do rozprašovacího sušicího procesu. Vznikl volně tekoucí, blokově pevný, dobře re-dispergovatelný prášek, který měl mimo jiné znamenité "instantní" chování.

Příklad 4:

Bylo pracováno jako v příkladu 3, s rozdílem, že byla použita směs rozprašovacího prostředku z tabulky 1. Také zde vznikl prášek, který byl volně tekoucí a blokově pevný, jakož i ukázal velmi dobré "instantní" chování.

Příklad 5:

Bylo pracováno jako v příkladu 3 s množstvími z tabulky 1, s tím rozdílem, že byl vnesen po rozprašovacím sušení v práškovém směšovači do prášku hydrofóbní podíl. Také zde vznikl volně tekoucí, blokově pevný prášek s velmi dobrým "instantním" chováním.

Příklady 6 - 10:

Bylo pracováno jako v příkladu 3, s tím rozdílem, že byla přidána množství hydrofóbní kyseliny křemičité, uvedená v tab. 1, k disperzi, kterou bylo třeba rozprášit.

Vzniklé prášky byly rovněž volně tekoucí a ukázaly velmi dobrou blokovou pevnost. Ve všech případech se ukázalo podle vynálezu velmi dobré "instantní" chování.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob výroby redispergovatelných prášků s dobrým "instantním"-chováním rozprašovacím sušením známým způsobem, v y z n a č u j í c í s e t í m, že povrch práškové polymerové kompozice je parciálně hydrofobizován tím, že se k hydrofilnímu protiblokovému prostředku, vztaženo na jeho obsah 0,1 %hm. až 25 %hm., přimísí hydrofóbní prostředek.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se přimísí 0,4 až 8,0 %hm. hydrofóbního prostředku.
3. Způsob podle nároku 1 až 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako hydrofóbní prostředek používá kyselina křemičitá, modifikovaná dimetylchlorsiloxanem.
4. Způsob podle nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že jako polymery se používají polyvinylacetát, kopolymery a terpolymery polyvinylacetátu jako například vinylacetát/vinylester kyseliny versatikové, vinylacetát/etylen nebo vinylacetát/vinylester kyseliny versatikové/butylakrylát, akryláty nebo kopolymery s obsahem styrenu, jakož i jejich směsi.