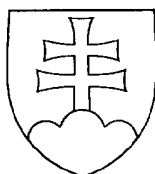


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

- (21) Číslo prihlášky: 2486-91
(22) Dátum podania: 12.08.91
(31) Číslo prioritnej prihlášky: P 40 27 640.6
(32) Dátum priority: 31.08.90
(33) Krajina priority: DE
(40) Dátum zverejnenia: 18.03.92
(45) Dátum zverejnenia udelenia vo Vestníku: 06.05.98
(86) Číslo PCT:

(11) Číslo dokumentu:

278 977

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:

C 08F 265/04

C 08F 2/20

(73) Majiteľ patentu: Hüls Aktiengesellschaft, Marl, DE;

(72) Pôvodca vynálezu: Sturm Harald, Dr., Dorsten, DE;
Boebel Armin, Dr., Marl, DE;
Prell Karl-Heinz, Dr., Marl, DE;

(54) Názov vynálezu: **Spôsob výroby termoplastických hmôt na báze homopolymérov alebo kopolymérov vinylchloridu a esterov kyseliny polyakrylovej**

(57) Anotácia:
Spôsob uskutočniteľný tak, že sa vinylchlorid alebo jeho zmes zahreje spolu s iniciátorom a ďalšími prísadami v suspenzii na teplotu 30 °C alebo vyššiu, ale nižšiu ako je teplota polymerizácie a potom sa pridá latex kyseliny polyakrylovej a polymerizácia sa vedie až do stupňa konverzie 99,9 %.

Oblasť techniky

Vynález sa týka spôsobu výroby termoplastických hmôt, ktoré sa skladajú z homopolyméru alebo kopolyméru vinylchloridu a polyméru na báze esterov kyseliny polyakrylovej, ktorý modifikuje rázovú húževnatosť vinylchloridového polyméru alebo kopolyméru. V porovnaní s doterajším stavom techniky sa pri spôsobe podľa vynálezu dosahuje zlepšená distribúcia veľkosti zŕn, lepšia reprodukovateľnosť sypanej hmotnosti a predovšetkým zníženie množstva inkrustácií na stenách polymeračnej nádoby.

Doterajší stav techniky

Spôsoby výroby vrúbľovaných kopolymérov vinylchloridu suspenzným postupom napolymerizovaním vinylchloridu a prípadných komonomérov na častice kaučukovitého elastického polyméru, vyrobené postupom v emulzii, podľa doterajšieho stavu techniky, vykazujú ešte niektoré nevýhody.

Výroba vrúbľovaných polymérov, pri ktorej sa vinylchlorid napolymerizováva na ester kyseliny polyakrylovej, ktorý slúži ako modifikátor rázovej húževnatosti, je známa. V DE 10 82 734, 10 90 856 a 10 90 857 sú opísané postupy, pri ktorých sa získavajú vrúbľované polyméry obsahujúce približne 2 až 25 % hmotnostných kaučuku na báze esteru kyseliny akrylovej. Pri výrobe takých vrúbľovaných kopolymérov sa na steny reaktora ukladajú povlaky (inkrustácie), ktoré sa len ťažko odstraňujú. V distribúcii veľkosti zŕn (merané sieťovou analýzou pomocou prúdu vzduchu) je obsiahnutý jemný podiel s veľkosťou častíc pod μm a hrubý podiel s veľkosťou častíc nad 250 μm . Jemný podiel spôsobuje zákal a teda znečistenie odpadovej vody pri oddeľovaní suspenzného polyméru z vodnej fázy a problémy spojené s prašnosťou pri manipulácii so suchým práškom. Hrubé podiely zhoršujú povrchové vlastnosti pri spracovaní v moderných vysoko výkonných spracovateľských strojoch.

Z DE 21 62 615 je známa výroba polymérov vinylchloridu vrúbľovaných na polyméry typu esterov kyseliny akrylovej, pričom výsledné polymérne produkty obsahujú 30 až 60 % hmotnostných jednotiek esteru kyseliny akrylovej. Pri týchto postupoch sa estery kyseliny akrylovej polymérizujú v prítomnosti malých množstiev polyfunkčných etylenicky nenasytených monomérov polymeračným postupom v emulzii. Pri emulznej polymerácii je potrebné používať emulgátor s nízkou hodnotou hydrofilne-lipofilnej rovnováhy (HLB) 2 až 12 alebo naopak vysokou HLB hodnotou nad 40, ako má napríklad sodná soľ bis-(tridecylesteru) kyseliny sulfofantárovej, ktorej hodnota HLB je 4 až 7 alebo soľ alkylsulfátu s krátkym alkylovým reťazcom, ako je sodná soľ 2-etylhexylsulfátu, ktorej hodnota HLB je asi 50. K vodnej emulzii častíc kaučuku sa pridáva vinylchlorid, vhodné suspenzné činidlo a iniciátor rozpustný v monomére. Hodnota pH sa nastavuje na 3 až 9. Aby sa zabránilo vzniku inkrustácií na stenách reaktora, používa sa prednostne vysoko viskózna metylhydroxypropylcelulóza. Rúbovaná polymerácia vinylchloridu sa vykonáva suspenzným postupom.

Nevýhodou tohto postupu je použitie vysokomolekulárneho suspenzného činidla, s ktorým sa preto ťažko manipuluje. Okrem toho sypaná hmotnosť získaného vrúbľovaného polyméru je pre obvyklé spracovateľské stroje nedostatočná. Keď sa spracováva tento materiál v zmesi s polyvinylchloridom, napríklad na výrobky tvárnené vytla-

čovaním, dosahuje sa relatívne nižšia rázová húževnatosť, horšie povrchové vlastnosti a nižšia výkonnosť zariadení.

Z EP 0 313 507 je známy postup, pri ktorom sa získava polymér obsahujúci 70 až 40 % hmotnostných zapolymerizovaných jednotiek vinylchloridu a 30 až 60 % hmotnostných zapolymerizovaných jednotiek aspoň jedného esteru kyseliny akrylovej, ako tiež prípadne ďalšieho monoméru, ktorý je kopolymerizovaný s esterom kyseliny akrylovej. V prvom stupni sa pritom nechá reagovať vo vodnej emulzii ester kyseliny akrylovej a prípadne ďalší monomér, za prídania monoméru s aspoň 2 etylenicky nenasytenými, nekonjugovanými dvojnými väzbami, v prítomnosti iniciátora a vodorozpusťnej soli mastnej kyseliny s 12 až 18 atómami uhlíka, ako emulgátora, pri počiatkovej hodnote pH vyššej ako 9, za vzniku polyméru s teplotou prechodu do sklovitého stavu pod 0 °C. Okrem soli mastnej kyseliny sa pri polymerácii pridáva aspoň jedna soľ alkalického kovu alebo amónna soľ alkylsulfónovej kyseliny s 8 až 20 atómami uhlíka a/alebo alkylakrylsulfónovej kyseliny s 3 až 6 atómami uhlíka v alkylovom zvyšku.

V druhom stupni sa predloží voda, suspenzné činidlo, zrážadlo pre emulgátory používané pri emulznej polymerácii, iniciátor a prípadne ďalšie pomocné látky, ako tiež vinylchlorid a k zmesi týchto látok v polymeračnej nádobe sa potom pridá vodná disperzia esteru kyseliny polyakrylovej.

Pridávanie druhého emulgátora a zrážadla má pri normálnej prevádzke rušivý účinok. Okrem toho sa tým zvyšujú náklady na skladovanie a plnenie.

Podstata vynálezu

Teraz bol nájdený postup, ktorý nie je zaťažený uvedenými nevýhodami. Pri spôsobe podľa vynálezu sa konečný polymér vyrába v dvoch stupňoch. V prvom stupni sa postupom v emulzii polymerizuje kaučukové elastické činidlo pre modifikáciu rázovej húževnatosti a v druhom stupni sa postupom v suspenzii polymerizuje monomér vytvárajúci modifikovanú maticu v prítomnosti kaučukových elastických častíc. V druhom stupni sa pritom postupuje tak, že sa do polymeračnej nádoby predloží monomér vytvárajúci maticu s iniciátorom, suspenzným činidlom a prípadne prísadami, zmes sa zahreje na teplotu 30 °C alebo vyššiu a potom sa k nej pridá emulzný latex. Emulzný latex má vzhľadom na výrobné dôvody väčšinou teplotu 30 až 40 °C.

Predmetom vynálezu je teda spôsob výroby termoplastických hmôt, na báze homopolymérov alebo kopolymérov vinylchloridu a na báze esterov kyseliny polyakrylovej, ktoré sa získajú polymerizáciou esterov kyseliny akrylovej v prítomnosti sieťujúcich zlúčenín kopolymerizovateľných s esterom kyseliny akrylovej a obsahujúcich aspoň dve nekonjugované dvojné väzby postupom vo vodnej emulzii, s teplotou prechodu do sklovitého stavu nižšou ako -20 °C, ktorého podstata spočíva v tom, že sa vinylchlorid alebo jeho zmes s až 20 % hmotnostnými kopolymerizovateľného monoméru zahreje spolu s iniciátorom, suspenzným systémom a prípadnými prísadami vo vodnej suspenzii na teplotu 30 °C alebo vyššiu, ale nižšiu ako je teplota polymerizácie, potom sa pridá latex kyseliny polyakrylovej a pri teplote v rozmedzí od 40 do 90 °C sa uskutočňuje polymerácia až do požadovanej konverzie.

Emulzná polymerácia v prvom stupni postupu prebieha v prítomnosti emulgačne pôsobiacej soli.

Ako estery kyseliny akrylovej prichádzajú do úvahy látky, ktoré v polymérnom stave vykazujú teplotu prechodu do sklovitého stavu -20 °C. Môže sa tiež použiť zmes este-

rov kyseliny akrylovej alebo ich zmesí s inými kopolymerizovateľnými monomérmi.

Ako estery kyseliny akrylovej je napríklad možné uviesť alkylestery s 2 až 10 atómami uhlíka v alkylovom reťazci, ako je napríklad butylakrylát, 2-ethylhexylakrylát, oktylakrylát a podobné alkylestery kyseliny akrylovej alebo alkylarylestery kyseliny akrylovej, ako je napríklad fenypropylakrylát alebo polyéterestery kyseliny akrylovej, ako je napríklad fenoxietoxyetylakrylát.

Ako látky, ktoré pôsobia ako sieťovadlá, je napríklad možné uviesť akryláty a metakryláty viacmocných alkoholov, ako je napríklad etylénglykoldimetakrylát, butylénglykoldimetakrylát, tetraakrylát pentaerytritolu a pod. alebo alylmetakrylát alebo alylestery viacsytných kyselín, ako je napríklad dialylester kyseliny ftalovej, dialylester kyseliny maleínovej a dialylester kyseliny fumarovej.

V prvom stupni sa sieťujúce zlúčeniny používajú v množstvách od 0,1 do 5,0 hmotnostného dielu, vzťahnuté na organickú fázu, pričom toto množstvo sa volí tak vysoké, aby častice obsahovali 90 % alebo viac gélu.

Ako vhodné monoméry, ktoré sú kopolymerizovateľné s esterami kyseliny akrylovej, je možné uviesť napríklad styren, vinylacetát, estery kyseliny metakrylovej s 1 až 10 atómami uhlíka a vinylétery.

Ako emulgačne pôsobiace zlúčeniny je možné použiť alkalické soli alebo amónne soli mastných kyselín s 12 až 18 atómami uhlíka alebo alkylsulfónové kyseliny s 12 až 18 atómami alebo aralkylsulfónové kyseliny alebo polyalkylestery kyseliny sírovej s 12 až 18 atómami uhlíka v alkylovom reťazci.

Ako príklady takých látok je možné uviesť lauran sodný, laurylsulfónan sodný, dodecylbenzénsulfónan sodný a nátriumlaurylsulfát. Tieto látky sa obvyčajne používajú v množstve od 0,3 do 2,5 % hmotnostných, vzťahnuté na monomér použitý v prvom stupni.

Ako iniciátori sa pri emulznej polymerácii používajú obvyklé zlúčeniny, ako peroxodisulfát amónny, peroxid vodíka alebo azozlúčeniny, ako je napríklad azobisisobutyro, nitril a pod., v množstvách od 0,05 do 0,5 % hmotnostného vzťahnuté na použitý monomér.

V prípade potreby sa môžu pridávať redukčné zlúčeniny a soli kovov, ktoré sú schopné vytvárať s iniciátorom redox-systém, ako sú napríklad siričitany alkalických kovov, alkylaldehydsulfoxyláty, organické kyseliny, ako je kyselina askorbová a kovové soli, ako je napríklad síran železa a síran medi.

Emulzná polymerácia sa môže vykonávať diskontinuálne, kontinuálne alebo polokontinuálne, pričom polokontinuálnej polymerácii sa venuje prednosť.

Pri praktickom predvedení emulznej polymerizácie sa do polymeračnej nádoby predloží pri polymeračnej teplote 40 až 90 °C časť vody, monomérov, emulgátoru a iniciátora (alebo redox-systému) a keď sa polymerácia rozbehne, pridá sa kontinuálne alebo po dávkach zvyšok reakčnej zmesi.

Polymerácia sa ukončí pri dosiahnutí konverzie 99,9 %.

V druhom stupni sa na kaučukové elastické častice vyrobené v prvom stupni napolymerizuje vinylchlorid alebo vinylchlorid s až 20 % hmotnostnými kopolymerizovateľnými monomérmi postupom vo vodnej suspenzii.

Aby sa pri konečnom polyméri dosiahli výhodné vlastnosti, je potrebné najskôr vyrobiť suspenziu vinylchloridu vo vodnej fáze a až potom k nej pripustiť emulzný latex.

S prekvapením sa zistilo, že množstvo usadenín na stenách reaktora sa drasticky zníži vtedy, keď sa pridávanie robí pri teplote nad 30 °C.

Ako vhodné kopolymerizovateľné monoméry je napríklad možné uviesť vinylestery (napríklad vinylacetát a vinylaurát), vinylhalogenidy (napríklad vinylidenchlorid), nenasytené kyseliny a ich anhydridy (napríklad kyselinu fumarovú a kyselinu maleinovú), kyselinu akrylovú a metakrylovú a ich estery (mono- a diestery) a imidy kyseliny maleínovej a ich N-deriváty.

Ako suspenzné činidlá je možné pridávať obvyčajne používané látky, ako je napríklad hydroxyetylcelulóza, hydroxypropylcelulóza, metylhydroxypropylcelulóza, polyvinylalkoholy, čiastočne zmydlený polyvinylacetát, zmesové polyméry kyseliny maleínovej a alkylvinylétery, polyvinylpyrolidón buď jednotlivo alebo v zmesiach. Okrem toho je možné pridávať ešte estery mastných kyselín odvodené od jedno- alebo viacmocných alkoholov, ako sú napríklad etoxyláty mastných kyselín, sorbitanestery, etoxyláty mastných alkoholov, v množstve od 0,05 do 1,0 %.

Suspenzná polymerácia sa vykonáva v prítomnosti radikály tvoriacich iniciátorov, ktoré sú rozpustné vo vinylchloride. Ako príklady takých látok je možné uviesť dialcylperoxydy ako dialauroylperoxid; dibenzoylperoxid; dialkylperoxydy ako dikumylperoxid; peroxoestery ako terc. butyl peroxopivalát; dialkylperoxodikarbonáty, ktoré ako alkylskupiny obsahujú izopropylóve, butylóve, myristylóve a cyklohexylóve skupiny, organické sulfoxidokyseliny, ako je acetylcyklohexylsulfonylperoxid; alebo tiež azoiniciátory ako je azobisisobutyronitril. Konverzia vinylchloridu vzťahnutá na použitý vinylchlorid by mala robiť 75 až 95 %. Po dosiahnutí požadovaného stupňa konverzie sa zvyšok monoméru odstráni, pevná látka sa oddelí z vodnej disperzie napríklad odstredením a vysuší sa napríklad v prúdovej sušiarňi.

Pri kontrole povlaku na stenách reaktora je nápadné, že pri vykonaní polymerizácie spôsobom podľa vynálezu pripípa na stenách len malé množstvo ľahko odstrániteľných inkrustácií, a to aj po spolymerezovaní niekoľkých vsadených dávok. Keď sa nepostupuje spôsobom podľa vynálezu a latex esteru kyseliny polyakrylovej sa pridáva pred vinylchloridom alebo po vinylchloride, ale pri teplotách pod 30 °C, zostávajú na stenách reaktora inkrustácie, ktoré sú v závislosti od veľkosti reaktora až do hrúbky niekoľkých centimetrov. Tieto inkrustácie sa len ťažko odstraňujú a ako už bolo opísané, výrazne zhoršujú odvádzanie tepla behom polymerizácie. K tomuto javu dochádza aj po spolymerezovaní len jednej šarže.

Modifikovaný práškový polyvinylchlorid získaný spôsobom podľa vynálezu má úzku distribúciu veľkosti zrn, vysokú sypnú hmotnosť pri súčasne priaznivej pórovitosti a dobrej schopnosti odmonomerovania.

Polyméry sa môžu pri obsahu esteru kyseliny polyakrylovej až do asi 10 % spracovávať v prítomnosti obvyklých pomocných spracovateľských látok, pigmentov a prípadne iných prísad, napríklad vytlačovaním, kandrovaním alebo vstrekaním na tvárnené diely.

Pri obsahu esteru kyseliny polyakrylovej až do 40 % sa získaný produkt obvyčajne zmieša s polyvinylchloridom, ktorého rázová húževnatosť nie je modifikovaná, na obsah 3 až 10 %, prednostne 5 až 7 % až potom sa vykoná ďalšie spracovanie.

Tvárnene predmety získané spôsobom polymerizácie podľa vynálezu sa vyznačujú dobrou spracovateľnosťou, vysokou rázovou húževnatosťou a dobrou kvalitou povrchu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Vynález je bližšie objasnený v nasledujúcich príkladoch 1 až 3. Príklady 1 až 4 sú porovnávacie. Príklady majú výhradne ilustratívny charakter a rozsah vynálezu v žiadnom prípade neobmedzujú.

Hodnoty uvádzané v príkladoch boli zistené nasledujúcimi metódami:

Obsah gélu v polyakryláte:

$$\frac{\text{podiel nerozpustný v tetra-
hydrofuráne, oddelenie sa
vykonáva odstredením,
gél (g)}}{\text{polymér (g)}} \times 100$$

Index napúčania polyakrylátového gélu:	napúčaný gél (q) vysušený gél (g) (Obsah gélu a index napúčania a stanovujú na lyofilizovanej látke)
Zvyškový obsah monoméru:	Head-Space-plynová chromatografia
K-hodnota prášku:	DIN 53 726
Sypná hodnota:	DIN 53 468
Sypkosť:	lieviková metóda (2 až 16 mm)
Distribúcia veľkosti zŕn:	sieťovou analýzou s prúdom vzduchu podľa DIN 53 734
Prijem zmäkčovadla:	DIN 53 417
Povrch tvárneného dielu:	vizuálne pozorovanie
Rázová húževnatosť:	DIN 53 453, normálna malá skúšobná tyč s vrubom

Príklad 1

a) Výroba disperzie esteru kyseliny polyakrylovej

	Predloha diely = kg	Dávkovanie diely = kg
demineralizovaná voda	200 = 60	100 = 30
butylakrylát	-	90 = 29,7
alylmetakrylát	-	1 = 0,3
peroxosíran amónny	0,04 = 0,012	0,06 = 0,018
kyselina laurová	0,36 = 0,108	0,54 = 0,162
hydroxid sodný	0,083 = 0,025	0,123 = 0,037

Z polymerizačného reaktora s kapacitou 150 l, opatreného listovým miešadlom sa odstráni vzdušný kyslík evakuáciou a zaplnením dusíkom, potom sa doňho predloží 57 kg demineralizovanej vody, 0,108 kg kyseliny laurovej a 0,025 kg hydroxidu sodného a zmes sa zahreje na 80 °C.

Keď sa pevné zložky rozpustia, pridá sa 12 g peroxosíranu amónneho rozpusteného v 3 kg demineralizovanej a potom 0,30 kg zmesi butylakrylátu a alylmetakrylátu. Po 5 minútach začne polymerácia. V priebehu polymerizácie sa počas 4 hodín uvádza zvyšok monomérovej zmesi (29,7 kg) a okrem toho roztok kyseliny laurovej (0,162 kg), hydroxid sodný (0,037 kg) a peroxosíran amónny (0,018 kg) v demineralizovanej vode (30 kg). V polymerácii sa pokračuje ešte ďalšie 2 hodiny.

Dosiahnu sa tieto výsledky:

obsah zvyškového monoméru:	pod 500 ppm (tzn. konverzia je vyššia ako 99,95 %)
obsah gélu v pevnej látke:	95 %
index napúčania:	5
obsah pevnej látky:	25,1 %

b) Napolymerizovanie vinylchloridu na polyakrylát

V nasledujúcom stupni suspenznej polymerizácie sa do 235 litrového polymerizačného reaktora, opatreného miešacím rotorom a duplikátorovým plášťom predloží:

demineralizovaná voda	112,1 dielu = 89,4 kg
metylhydroxypropylcelulóza (roztok s koncentráciou 2 % hmotn. s viskozitou 50 mPa.s)	0,16 dielu = 0,128 kg
sorbitan monolaurát	0,12 dielu = 0,096 kg
lauroylperoxid	0,10 dielu = 0,080 kg

Vzdušný kyslík sa odstráni evakuáciou a zaplnením dusíkom. Potom sa pripustí

vinylchlorid a po zahriatí na 32 °C polybutylakrylátový latex (19,07 kg)	94 dielov = 75 kg
obsah pevnej látky	6 dielov = 4,79 kg
obsah vody	17,9 dielov = 14,28 kg

Potom sa zmes vyhreje na polymerizačnú teplotu 60 °C a pri tejto teplote sa vykonáva polymerácia až do dosiahnutia tlaku vinylchloridu 0,35 MPa. Násada sa ochladí, zvyškový monomér sa odstráni a pevná látka sa odfiltruje do vodnej fázy. Filtrát je číry.

Na stenách reaktora nie sú prítomné žiadne úsady.

Pevná látka sa vysuší v sušiarňi s vírivým lôžkom. Pri výslednom produkte sa zistia tieto hodnoty:

obsah esteru kyseliny polyakrylovej	6,7 % hmotnostných (čo zodpovedá konverzii vinylchloridu 89 %)
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 3 % podiel nad 250 µm: 2 %
sypná hmotnosť	680 g/l
sypkosť	2 mm
prijem zmäkčovadla	8 g/100 g

Bez čistenia bolo možné spolymeryzovať v reaktore 20 šarží. Čistenie od inkrustácií bolo vykonané po tomto čase, napriek tomu, že odvod tepla bol ešte dostatočný.

Porovnávaci príklad 1

Latex na báze butylesteru kyseliny polyakrylovej sa vyrába spôsobom opísaným v príklade 1. Pri nasledujúcej vrúbľovanej polymerácii vinylchloridu sa na rozdiel od postupu opísaného v príklade 1, latex pridáva pred vinylchloridom. Tiež spracovanie je rovnaké ako v príklade 1. Filtrát je mierne zakalený.

Na stenách reaktora je prítomný výrazný nános. Čistenie bolo potrebné po spolymeryzovaní 3 šarží, pretože odvod tepla bol vplyvom silného nánosu tak zhoršený, že by nebolo možné pri nasledujúcej polymerácii udržať vnútornú teplotu na konštantnej hodnote.

Pri produkte boli zistené tieto hodnoty: obsah esteru kyseliny polyakrylovej	6,7 % hmotnostných
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 9 % podiel nad 250 µm: 12 %
sypná hmotnosť	640 g/l
sypkosť	2 mm
prijem zmäkčovadla	6 g/100 g

Porovnávací príklad 2

Latex butylesteru kyseliny polyakrylovej sa vyrobí spôsobom opísaným v príklade 1. Pri nasledujúcej vrúbľovanej polymerácii vinylchloridu je jediným rozdielom oproti príkladu 1, že sa latex pridáva k vsádzke obsahujúcej vinylchlorid pri teplote 25 °C. Povlak na stenách reaktora je síce menší ako v prípade porovnávacieho príkladu 1, ale väčší ako v príklade 1. Môže sa vykonať 6 následných polymerizačných postupov bez toho, aby sa muselo medzi nimi robiť čistenie.

Pri produkte boli zistené tieto hodnoty:

obsah esteru kyseliny polyakrylovej	6,7 % hmotnostných
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 5 % podiel nad 250 µm: 3 %
sypná hmotnosť	680 g/l
sypkosť	2 mm
prijem zmäkčovadla	7 g/100 g

Príklad 2

Postupuje sa rovnakým spôsobom ako v príklade 1, pripustí sa však 11 dielov (pevná látka) polybutylakrylátového latexu, pri 32 °C k 89 dielom vinylchloridu v demineralizovanej vode obsahujúcej suspenzné činidlo. Obsah celulózy robí 0,20 % tzn. približne 0,16 kg.

Po vysušení sa získa prášok s nasledujúcimi vlastnosťami:

obsah esteru kyseliny polyakrylovej	12,2 % hmotnostných
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 4 % podiel nad 250 µm: 2 %
sypná hmotnosť	650 g/l
sypkosť	2 mm
prijem zmäkčovadla	6 g/100 g

Bez čistenia bolo možné spolymerizovať 12 šarží, až potom boli inkrustácie príliš silné.

Porovnávací príklad 3

Postupuje sa rovnakým spôsobom ako v príklade 2, len latex sa pripustí pri teplote 20 °C.

obsah esteru kyseliny polyakrylovej	12,2 % hmotnostných
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 5 % podiel nad 250 µm: 4 %
sypná hmotnosť	630 g/l

Sypkosť a príjem zmäkčovadla sú rovnaké ako v príklade 2.

Bez čistenia je možné uskutočniť ešte 4 následné polymerizácie.

Príklad 3

Postupuje sa rovnakým spôsobom ako v príklade 1, len s tým rozdielom, že sa 35 dielov (pevná látka) polybutylakrylátového latexu pripustí pri teplote 32 °C k 89 dielom vinylchloridu v demineralizovanej vode obsahujúcej suspenzné činidlo. Obsah celulózy je 0,40 %.

Po vysušení sa získa prášok s nasledujúcimi vlastnosťami:

obsah esteru kyseliny polyakrylovej	38 % hmotnostných
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 8 % podiel nad 250 µm: 3 %
sypná hmotnosť	520 g/l
sypkosť	2 mm
prijem zmäkčovadla	35 g/100 g

Bez medzičistenia je možné uskutočniť ešte 4 následné polymerizačné postupy.

Porovnávací príklad 4

Postupuje sa rovnakým spôsobom ako v príklade 3, len s tým rozdielom, že sa latex pripustí pred vinylchloridom.

Po vysušení sa získa prášok s nasledujúcimi vlastnosťami:

obsah esteru kyseliny polyakrylovej	38 % hmotnostných
sieťová analýza	podiel pod 63 µm: 17 %
sypná hmotnosť	380 g/l
sypkosť	12 mm
prijem zmäkčovadla	50 g/100 g

Po spolymerizovaní každej šarže je nutné urobiť čistenie.

Práškovité produkty získané v príkladoch 1 až 3 a porovnávacích príkladoch 1 až 4 sa po pridaní prísad, ktoré sú súčasťou obchodne bežných receptúr, spracujú vo vytlačacom stroji. Obsah esteru kyseliny polyakrylovej sa nastaví podľa potreby prísadou obchodne dostupného suspenzného polyvinylchloridu (s K-hodnotou 68) na 6,7 %, vzťahnuté na súčet hmotností polyvinylchloridu a polyakrylátu (= 100 %).

Vyrobia sa profily, ktorých povrch sa vizuálne hodnotí a z týchto profilov sa vyrobia skúšobne telesá na skúšanie vrúbľovej húževnatosti.

Príklad	Povrch	a_k kg/m ²
1	lesklý	40
2	lesklý	42
3	lesklý - mierne matový	38
1 (porov.)	lesklý	34
2 (porov.)	lesklý	38
3 (porov.)	lesklý	38
4 (porov.)	matový - pruhovitý	15

PATENTOVÉ NÁROKY

Spôsob výroby termoplastických hmôt, na báze homopolymérov alebo kopolymérov vinylchloridu a esterov ky-

seliny polyakrylovej, ktoré sa získajú polymerizáciou esterov kyseliny akrylovej v prítomnosti sieračujúcich zlúčenín kopolymerizovateľných s esterami kyseliny akrylovej a obsahujúcich aspoň dve nekonjugované dvojité väzby postupom vo vodnej emulzii, s teplotou prechodu do sklovitého stavu nižšou ako $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa vinylchlorid alebo jeho zmes s až 20 % hmotnostnými kopolymerizovateľného monoméru zahreje spolu s iniciátorom, suspenzným systémom a prípadnými prísadami vo vodnej suspenzii na teplotu $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ alebo vyššiu, ale nižšiu ako je teplota polymerizácie, potom sa pridá latex kyseliny polyakrylovej a pri teplote v rozmedzí od 40 do $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ sa uskutočňuje polymerácia až do požadovanej konverzie.

Koniec dokumentu
