

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

68084

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o,27

Zgłoszono: 07.VI.1967 (P 131 189)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 73/06

Opublikowano: 10.VI.1973

UKD

Współtwórcy wynalazku: Władysław Rapicki, Janusz Brzeski
Właściciel patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików, Gdańsk (Polska)

Sposób otrzymywania stabilnych zawiesin wodoronadtlenku dwucykloheksylowego we ftalanie dwubutylovym

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania stabilnej zawiesiny wodoronadtlenku dwucykloheksylowego we ftalanie dwubutylovym.

Dotychczasowe metody otrzymywania zawiesin wodoronadtlenku dwucykloheksylowego w cieczach organicznych polegają na wymieszaniu kryształów w cieczy organicznej i silnym rozdrobnieniu kryształów w urządzeniach dyspergujących. Przy osiąganiu maksymalnym rozdrobnieniu trwałość uzyskanych zawiesin wynosi od kilku godzin do kilku dni. Wydzielona faza stała na skutek zmian krystalizuje i zsetala się.

Użytkowanie takiego produktu jako inicjatora polimeryzacji nastręcza poważne trudności, gdyż niemożliwe jest dokładne dozowanie składnika czynnego, to jest wodoronadtlenku dwucykloheksylowego do układu polimeryzującego.

Ponowne otrzymanie jednorodnej zawiesiny bez właściwych urządzeń jest niemożliwe.

Metoda przedłużania sedymentacji zawiesiny przez zwiększenie stopnia rozdrobnienia jest niebezpieczna i nieekonomiczna, gdyż w czasie rozdrobnienia następuje częściowy rozkład wodoronadtlenku dwucykloheksylowego na skutek lokalnych przegrzań. Metoda ta ze względu na dużą lepkość używanej cieczy i dużej koncentracji fazy stałej dochodzącej do 60% wagowych, wymaga stosowania dużych mocy urządzeń rozdrabniających.

Celem wynalazku jest sposób zwiększenia trwałości zawiesiny wodoronadtlenku dwucykloheksylowego we ftalanie dwubutylovym oraz uniemożliwienie zbrylania poprzez krystalizację.

Cel ten został osiągnięty przez wykorzystanie znanego

2

zjawiska zmniejszenia szybkości sedymentacji zawiesiny przy wzroście lepkości fazy rozpraszającej.

Substancją, która pozwoliła zrealizować cel wynalazku okazał się polichlorek winylu i to w formie zolu, ponieważ już w niewielkim stężeniu znacznie zwiększa lepkość fazy rozpraszającej, to jest ftalanu dwubutylovym.

Równocześnie składnik stabilizujący zawiesinę, to jest polichlorek winylu w formie zolu, okładując na kryształach wodoronadtlenku dwucykloheksylowego, uniemożliwia sklejanie się kryształów w zmiennych warunkach rozpuszczalności we ftalanie dwubutylovym wraz ze zmianą temperatury – nieuniknionej w czasie przechowywania zawiesiny.

Wymieszanie kryształów wodoronadtlenku dwucykloheksylowego z zolem polichloroku winylu we ftalanie dwubutylovym daje stabilną zawiesinę i uniemożliwia zbrylanie kryształów wodoronadtlenku poprzez krystalizację.

Sposób otrzymywania stabilnych zawiesin wodoronadtlenku dwucykloheksylowego we ftalanie dwubutylovym na drodze zwiększenia lepkości według wynalazku polega na zawieszeniu suspensyjnego polichloroku winylu we ftalanie dwubutylovym w temperaturze 10–30°C w ilości 1–3% wagowych otrzymywanej stabilnej zawiesiny wodoronadtlenku dwucykloheksylowego, a następnie tak otrzymaną zawiesinę polichloroku winylu we ftalanie dwubutylovym ogrzewa się do temperatury 100–120°C i po stwierdzeniu, że polichlorek winylu uległ rozpuszczeniu, co poznaje się przez uzyskanie klarownej cieczy, roztwór szybko schładza się do temperatury 25–10°C.

Uzyskany w ten sposób zol polichloroku winylu łączy się z wodoronadtlenkiem dwucykloheksylowym, ewentualnie za-

wieszonym we ftalanie dwubutyli i uzyskuje jednorodną zawiesinę przez wymieszanie.

Czynność otrzymywania stabilnych zawiesin wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого należy wykonać niezwłocznie po otrzymaniu schłodzonego zolu, ponieważ zół przechodzi stopniowo w żel, który tylko w niewielkim stopniu wykazuje własności stabilizujące.

Trwałość zolu w zależności od typu i stężenia polichloroku winylu wynosi od kilku do kilkunastu godzin.

W zależności od stężenia polichloroku winylu, otrzymać można stabilne zawiesiny lub pasty.

Obecność polichloroku winylu w układzie: wodoronadtlenek dwucykloheksyloвого-ftalan dwubutyli, wpływa na zmianę półrozpadu wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого, dlatego też istotną rzeczą jest dobór odpowiedniego gatunku polichloroku winylu.

Otrzymane stabilne zawiesiny według wynalazku, nawet po rocznym składowaniu są trwałe, a w przypadku kiedy zawiesina ulegnie częściowemu rozwarstwieniu, powrót do stanu pierwotnego uzyskuje się przez wymieszanie.

P r z y k ł a d I. Do 100 kg ftalanu dwubutyli o temperaturze 30°C, mieszając dodaje się stopniowo 8 kg suspensyjnego polichloroku winylu PCW-E-70 Sw. Po uzyskaniu zawiesiny polichloroku we ftalanie dwubutyliowym, stopniowo podwyższa się temperaturę do 100°C. W tej temperaturze zawartość miesza się do uzyskania całkowitej klarowności cieczy, co uzyskuje się w ciągu 30 minut. Następnie roztwór polichloroku winylu we ftalanie dwubutyliowym szybko ochładza się do temperatury 20°C.

Tak otrzymany zół polichloroku winylu dodaje się w całości do przygotowanej w znany sposób zawiesiny 450 kg wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого o zawartości 11,5% wagowych tlenu aktywnego w 242 kg ftalanu dwubutyli. Całość miesza się w ciągu 0,5 godz.

Otrzymuje się 800 kg stabilnej zawiesiny wodoronadtlenku

dwucykloheksyloвого o zawartości 6,5% wagowych tlenu aktywnego.

P r z y k ł a d II. Do 326 kg ftalanu dwubutyli o temperaturze 10°C, mieszając dodaje się 24 kg suspensyjnego polichloroku winylu typu PCW-S-62. Po uzyskaniu zawiesiny polichloroku we ftalanie stopniowo podwyższa się temperaturę do 120°C. W tej temperaturze utrzymuje się mieszaninę do uzyskania całkowitej klarowności cieczy, co trwa około 1 godziny. Po uzyskaniu klarowności mieszaninę szybko ochładza się do temperatury 20°C. Do tak otrzymanego zolu dodaje się 450 kg wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого o zawartości 11,5% wagowych tlenu aktywnego.

Całość miesza się w temperaturze 20°C przez 2 godziny. Uzyskuje się 800 kg wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого we ftalanie dwubutyliowym w formie pasty, o zawartości 6,5% wagowych aktywnego tlenu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania stabilnych zawiesin wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого we ftalanie dwubutyliowym na drodze zwiększenia lepkości, znamienny tym, że stosuje się polichlorek winylu, który zawiesza się w temperaturze od 10–30°C we ftalanie dwubutyliowym i ogrzewa do temperatury 100–120°C, aż do uzyskania klarownej cieczy, przy czym stosuje się polichlorek winylu w ilości od 1–3% wagowych w stosunku do otrzymywanej stabilnej zawiesiny, po czym roztwór szybko schładza się do temperatury 20°C i tak przygotowany zół polichloroku winylu łączy się z wodoronadtlenkiem dwucykloheksylowym, ewentualnie zawieszonym we ftalanie dwubutyli, przy czym ilości składników dobiera się tak, aby końcowy stosunek wagowy polichloroku winylu, ftalanu dwubutyliowego, wodoronadtlenku dwucykloheksyloвого wynosił jak 1–3 : 59–37 : 40–60.