

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

259282
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 08 F 2/24

(22) Prihlášené 17 12 86
(21) [PV 9427-86.F]

(40) Zverejnené 15 02 88

(45) Vydané 15 03 89

(75)

Autor vynálezu

CAPEK IGNÁC RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob stanovenia stability emulzného systému polymérov
a kopolymérov

1

2

Stabilita emulzného polymérneho systému vzniklého emulznou polymerizáciou alebo kopolymerizáciou akrylátov a/alebo meta-krylátov sa stanovuje meraním vodivosti emulzie. Medza stability je definovaná náhlym zvýšením vodivosti.

Vynález sa týka spôsobu stanovenia stability emulzného systému polymérov a kopolymérov.

Zmesný emulgačný systém sa priemyselne využíva k syntéze polymérov a kopolymérov. Tieto zmesné emulgačné systémy pozostávajú z emulgátorov daného homologického radu, avšak v niektorých prípadoch i zmesi emulgátorov rôzneho typu sa ukázali tiež vhodné [M. S. El-Aasser, T. Makawinata, J. W. Vanderhoff, C. Pichot: Prepr. Org. Coatings Plastics Chem. 42, 44 (1980)]. Z hľadiska úžitkových vlastností sa požadujú polymérové latexy s nízkym obsahom emulgátora, pretože vysoké koncentrácie povrchovoaktívnej látky zvyšujú hydrofilný charakter polymérových filmov so slabou adhézou a s horšími fyzikálnymi vlastnosťami. Inými slovami, fyzikálne vlastnosti polymérových filmov a stabilita polymérových latexov sú funkciou koncentrácie a typu použitého emulgátora [J. W. Vanderhoff: J. Polym. Sci. Polym. Symp. 72, 161 (1985)]. Stabilita emulzií polymérov a kopolymérov sa stanovuje meraním množstva vznikajúceho koagulátu prídavkom koagulačného činidla. Flokulačné činidlá senzibilizujú flokuláciu latexových častíc, ich zhlukovanie a usadzovanie. K porovnávaniu stability jednotlivých polymérových disperzií sa stanovujú počiatočné rýchlosti koagulácie. Tento spôsob stanovenia a sledovania stability polymérových emulzií je značne zdĺhavý a prácny. Navyše prídavok koagulačného činidla znehodnocuje emulziu a tým i jej ďalšie použitie [T. Makawinata, M. S. El-Aasser, J. W. Vanderhoff, C. Pichot: Acta Polymerica 32, 583 (1981)].

Uvedené nevýhody v podstatnej miere odstraňuje spôsob stanovenia stability emulzného systému polymérov a kopolymérov, ktorého podstata spočíva v tom, že konduktometricky sa meria vodivosť emulzií a stanoví sa medza stability emulzie, spočívajúca v náhlom zvýšení vodivosti emulzného systému.

Výhodou navrhovaného spôsobu stanovenia emulzného systému polymérov a kopolymérov je, že stanovenie je jednoduchšie, menej prácne, hospodárnejšie a umožňuje sledovať stabilitu polymérových disperzií vznikajúcich v priebehu polymerizačného procesu.

Príklad 1

Do trojhrdlej reakčnej banky objemu 500 ml opatrenej miešadlom, spätným chladičom, príivodom pre dusík, zariadením pre kontinuálny odber vzorky latexu a vodivosťnou elektródou (OK 902) sa za kontinuálneho príivodu dusíka vďavkuje 150 ml destilovanej vody, 20 g metylmetakrylátu, 80 g etylakrylátu, 4,5 g 97 % hmot. vodného roztoku monopalmitán polyoxyetylén sorbitalu [Tween 40], 0,5 g 40 %-ného vodného roztoku α -oktadecenyisulfátu sodného [Spola-

pon AOS). Po 30 minútach miešania (400 otáčok za minútu), pri teplote 60 °C sa pridá 0,25 g persulfátu amónneho (iniciátor). V priebehu kopolymerezácie sa odoberie 10 ml latexu k izolácii kopolyméru, množstva koagulátu a k stanoveniu stupňa konverzie. Emulgátor, iniciátor a nezreagované monoméry sa z latexu odstraňujú dialýzou oproti vode použitím dialyzačných (Visking) trubičiek. Takto vyčistený kopolymérový latex sa skoaguluje v metanole okyselenom kyselinou chlorovodíkovou na pH = 2 a koaguláciou získaný kopolymér sa premýva vodou, predsuší pri teplote 60 °C po dobu 8 hodín. Z takto získaných údajov o množstve vznikajúceho kopolyméru sa získa hodnota konverzie [I. Capek, J. Bartoš, E. Orolínová: Chem. Zvesti 38, 803 (1984)]. Filtrovaním odobratej vzorky latexu sa získali údaje o množstve koagulátu v reakčnom systéme. Pri 10 %-nej konverzii je vodivosť roztoku 0,5 mS.cm⁻¹ s 0,0 g skoagulovaného kopolyméru.

Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 40 %-nej konverzii. Vodivosť kopolymérového latexu je 0,5 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 0,0 g skoagulovaného kopolyméru.

Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 45 %-nej konverzii. Vodivosť kopolymérového latexu je 0,6 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 0,1 g skoagulovaného kopolyméru. Údaje indikujú medzu stability kopolymérového latexu.

Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 60 %-nej konverzii. Vodivosť latexu je 1,3 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 1,0 g skoagulovaného kopolyméru.

Príklad 5

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 80 %-nej konverzii. Vodivosť latexu je 2,0 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 2,0 g skoagulovaného kopolyméru.

Príklad 6

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 30 %-nej kon-

verzii a kopolymérizácie s meraním vodivosti sa prevádzajú pri teplote 70 °C. Vodivosť latexu je 0,6 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 0,0 g skoagulovaného kopolyméru.

Príklad 7

Postupuje sa ako v príklade 6 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť roztoku a stanoví množstvo koagulátu pri 40 %-nej konverzii. Vodivosť latexu je 0,65 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 0,1 g skoagulovaného kopolyméru. Údaje predstavujú medzu stability kopolymérového latexu.

Príklad 8

Postupuje sa ako v príklade 6 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 60 %-nej konverzii. Vodivosť latexu je 1,5 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 1,4 g skoagulovaného kopolyméru.

Príklad 9

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije 100 g butylakrylátu a polymerizácia sa prevádza pri 70 °C. Vodivosť polymérového latexu sa meria pri

teplote 70 °C. Vodivosť latexu sa meria a množstvo koagulátu sa stanoví pri 30 %-nej konverzii. Vodivosť polybutylakrylátového latexu je 0,6 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 0,0 g skoagulovaného polyméru.

Príklad 10

Postupuje sa ako v príklade 9 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu a stanoví množstvo koagulátu pri 35 %-nej konverzii. Vodivosť latexu je 0,7 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje 0,1 g skoagulovaného polyméru. Údaje predstavujú medzu stability polymérového latexu.

Príklad 11

Postupuje sa ako v príklade 9 s tým rozdielom, že sa meria vodivosť latexu pri 65 %-nej konverzii. Vodivosť latexu je 1,7 mS.cm⁻¹ a latex obsahuje pri tejto konverzii 1,8 g skoagulovaného polyméru.

Vynález môže nájsť použitie v polymérovej chémii pri príprave náterových látok a koželužských prípravkov z hľadiska kontroly stability latexu získaného emulznou polymérizáciou a kopolymérizáciou za použitia zmesného emulgačného systému.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob stanovenia stability emulzného systému polymérov a kopolymérov vznikajúcich emulznou polymerizáciou alebo kopolymérizáciou akrylátov a/alebo metakrylátov

vyznačujúci sa tým, že sa meria vodivosť emulzie a stanoví sa medza stability emulzie, spočívajúca v náhlom zvýšení vodivosti emulzného systému.