



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

230891
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 F 114/06

(22) Prihlášené 11 01 83
(21) [PV 173-83]

(40) Zverejnené 13 01 84

(45) Vydané 15 11 86

(73)

Autor vynálezu

MACHO VENDELÍN prof. ing. DrSc., PORUBSKÝ JURAJ ing. CSc.,
NOVÁKY, MONDOČKO JOZEF ing., ŠOVČÍKOVÁ MARIANNA ing.,
GLEVITZKÝ EDMUND ing., SZULÉNYI FRANTIŠEK ing. CSc.,
ILČÍK ŠTEFAN ing., PRIEVIDZA

(54) Spôsob výroby suspenzného polyvinylchloridu

1

2

Suspenzný polyvinylchlorid (PVC) zvlášť vhodný na výrobu tlakových rúr má K-hodnotu 69 až 80 [70 až 74], sytnú hmotnosť 0,5 až 0,65 kg · dm⁻³, absorpciu zmäkčovadla 2 až 23 [5 až 12] min a ďalšie definované parametre.

Vyrába sa suspenziou homopolymerizáciou pri teplote 40 až 56 [49 až 53] °C, vodnom module vodná fáza/vinylchlorid = 1,0 až 2,0 [1,25 až 1,7], pri celkovom obsahu ochranných koloidov ako dispergátorov na báze derivátov celulózy a/alebo polyvinylalkoholu v celkovom množstve 0,02 až 0,2 [0,05 až 0,1] % hmot., počítané na vinylchlorid, zmesi a/alebo zmesných iniciátorov v celkovom množstve 0,03 až 0,4 [0,1 až 0,2] % hmot. a modifikátora a/alebo zmesi modifikátorov častíc polyvinylchloridu na báze vedľajších organických kyslíkatých produktov z výroby 2-etylhexanolu oxoprocesom a/alebo zmes mono-, di- a triglyceridov mastných kyselín C₁₄ — C₁₈ a/alebo produktu polyadície aspoň jedného olefínoxidu C₂ — C₃ na trojmocný alkohol, pričom homopolymerezácia sa vedie až do poklesu tlaku v reaktore o 0,1 až 0,6 [0,15 až 0,35] MPa.

Vynález sa týka výroby suspenzného polyvinylchloridu definovaných fyzikálnochemických, fyzikálnych a mechanických vlastností, zvlášť vhodného na výrobu tlakových rúr, napríklad o dovolenom tangenciálnom namáhaní $\geq 12,5$ MPa vedením homopolymerezácie za presne definovaných podmienok a prítomnosti technicky ľahko dostupných kyslíkatých organických prísad v reakčnom prostredí.

Známe sú mnohé spôsoby výroby suspenzných typov polyvinylchloridu (PVC), pričom spravidla požiadavky na fyzikálne a mechanické vlastnosti suspenzného typu PVC determinujú aj spôsob jeho výroby [Nass I. L. (Ed.): Encyklopedia of PVC, Vol. 1, Marcel Dekker Inc., New York (1976); Zilberman E. N.: Polučenie i svojstva polivinilchlorida, Izdatelstvo „Chimija“, Moskva (1968)]. Jedným z komponentov suspenznej polymerizácie, ktorá môže podstatne ovplyvňovať výsledné vlastnosti vyrábaného PVC je sústava povrchovo-aktívnych látok, či už ide o látky rozpustné vo vode alebo v monomery, ako aj anorganické dispergátory a ich kombinácie [Wolf a i.: Plaste und Kautschuk **21**, 905 (1974) a **24**, 22 (1977); Behrens: Tamtiež **22**, 2 (1975); Fromdarf: Makromol. Chem. **13**, 76 (1954); Bort: Dohl. AN SSSR **9**, 1, 303 (1967)].

Ukázalo sa, že ako dispergátory, tak aj ostatné pomocné látky môžu podstatne ovplyvniť celkovú charakteristiku tvaru a veľkosti zrna. Navyše, tvar a veľkosť zrna môže ovplyvniť aj spôsob vedenia polymerizácie, najmä intenzita miešania, ako napríklad menením obrátok, v závislosti od doby polymerizácie alebo stupňa konverzie vinylchloridu (USA pat. 3 776 894; švajč. pat. 550 213; japonské pat. 71-10 178, 75-44 276 a 75-10 2683; franc. pat. 2 169 967), tvar miešadel ap. [Valitov a spol.: Plast. Massy **6**, 16 (1976); Tawiesch: Hydrocarbon Process. **55**, No 11 117 (1976); Hadden: Chem. Ing. Technik **42**, 7, 457 (1975)]. Takéto spôsoby si však vyžadujú doplnkové zariadenia. Významnú funkciu majú dispergátory, a to či už na báze derivátov celulózy (USA pat. 3 801 519 a 3 879 365; NSR pat. 2 234 038; japonský pat. 73 — 29 629 a rumunský pat. 55 821) alebo parciálne zmydelneného polyvinylacetátu, resp. polyvinylalkoholu (japonské pat. 74 — 23 831; 74 — 23 595; 73 — 42 224; 74 — 09 488), ako aj ich rôzne kombinácie.

Sú aj ďalšie spôsoby ovplyvňovania spracovateľských vlastností vyrábaného PVC, ako dávkovaním polyméru priamo do prostredia polymerizácie (NSR pat. 2 314 186, 2 400 611, 2 600 679 a 2 555 568; USA pat. 3 882 195, 3 757 001 a 3 862 066), účinkom iniciátorov (švajč. patent 550 208; aut. osvedčenie ZSSR 452 564; USA pat. 3 801 519 a 3 825 509) ap. Chýbajú však údaje o makromolekulej a nadmolekulej štruktúre PVC vhodného na výrobu tlakových rúr, ako aj o spôsoboch výroby takýchto typov PVC. Známy je síce napríklad odporúčaný komerčný suspenzný

typ PVC o K-hodnote 70, sypnej hmotnosti $0,646 \text{ kg} \cdot \text{dm}^{-3}$, s absorpciou zmäkčovadla 29 min. a nadsytným podielom (t. j. zvyšok na site $0,25 \text{ mm}$) $5,8 \%$, ale hlavne jeho menšia pórovitosť, preukázaná aj pomalšou absorpciou zmäkčovadla a pomerne vysoká sypná hmotnosť ho charakterizuje ako „kompaktný“ typ PVC, ktorý sa ťažko plastifikuje, či želatinizuje, vyžaduje si vyššie spracovateľské teploty, a tým aj vyššiu spotrebu energie. To má tiež za následok nižšiu výrobnosť spracovateľského zariadenia a nižšiu homogenitu finálnych výrobkov, najmä tlakových rúr, a tým v konečnom dôsledku ich nižšiu pevnosť. Naproti tomu vhodnú makromolekulovú i nadmolekulovú štruktúru suspenzného typu PVC, potrebnú úpravu granulometrie a morfológie jeho zrna, ako aj ďalších optimálnych primárnych, a tým aj odvodených potrebných užitočných vlastností, zabezpečuje spôsob podľa tohto vynálezu.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob výroby suspenzného polyvinylchloridu zvlášť vhodného na výrobu tlakových rúr o K-hodnote 69 až 80, s výhodou 70 až 74, sypnej hmotnosti $0,5$ až $0,65 \text{ kg} \cdot \text{dm}^{-3}$, s výhodou $0,54$ až $0,60 \text{ kg} \cdot \text{dm}^{-3}$, absorpciou zmäkčovadla 2 až 23 min., s výhodou 5 až 12, so zvyškom na site $0,25 \text{ mm}$ $0,0$ až $3,0 \%$ a na site $0,063 \text{ mm}$ 85 až 99% , sypavosť 12 až 25 s, s výhodou 15 až 20 s, cez lievnik o priemere 10 mm , suspenznou homopolymerezáciou vinylchloridu za iniciačného účinku voľnoradikálových iniciátorov a prítomnosti pomocných látok tak, že suspenzná homopolymerezácia vinylchloridu sa uskutočňuje pri teplote 40 až 56°C , s výhodou 49 až 53°C , pri hmot. vyjadrení vodného modulu vodná fáza/vinylchlorid = $1,0$ až $2,0$, s výhodou $1,25$ až $1,7$ pri celkovom obsahu ochranných koloidov ako dispergátorov na báze derivátov celulózy a/alebo polyvinylalkoholu v celkovom množstve $0,02$ až $0,2 \%$ hmot., s výhodou $0,05$ až $0,1 \%$ hmot., počítané na vinylchlorid, zmesi a/alebo zmesných iniciátorov v celkovom množstve $0,03$ až $0,4 \%$ hmot., s výhodou $0,1$ až $0,2 \%$ hmot., a modifikátora a/alebo zmesi modifikátorov častíc polyvinylchloridu na báze vedľajších organických kyslíkatých produktov z výroby 2-etylhexanolu oxoprocesom (pozostávajúcích prevažne zo zmesi esterov, acetálov a jednomocných a/alebo dvojmocných alkoholov C_4 až C_8 a C_{12}) a/alebo zmes mono-, di- a triglyceridov masných kyselín C_{14} až C_{18} a/alebo produktu polyadície aspoň jedného olefinu oxidu C_2 až C_3 na trojmocný alkohol, pričom homopolymerezácia sa vedie až do poklesu tlaku v reaktore o $0,1$ až $0,6 \text{ MPa}$, s výhodou $0,15$ až $0,35 \text{ MPa}$.

Výhodou spôsobu výroby suspenzného PVC podľa tohto vynálezu je hlavne dosiahnutie vysokej pórovitosti, a tým vysokej rýchlosti absorpcie zmäkčovadla krátkej plastifikačnej, resp. želatinizačnej doby, umožňujúcej dobrú spracovateľnosť PVC, hlavne na tvrdé

výrobky, zvlášť tlakové rúry. Ďalšou výhodou je možnosť vyrábať tlakové rúry s tenšou stenou, ale s podobnou vysokou alebo ešte vyššou pevnosťou, čím dochádza k absolútnej úspore PVC, respektíve z rovnakého množstva hmoty PVC sa vyrobí minimálne o 15 % viac bežných metrov potrubí ako z komerčne dostupných typov PVC. Výhodou je aj nízky, tzv. nadsitný podiel prášku PVC, ako aj nižšia spotreba hlavne elektrickej energie pri jeho spracovaní na finálne výrobky.

V prípadoch, že je zapotreby navyše zabezpečiť minimálny počet makromolekulárnych nehomogenít v prášku PVC, tzv. „rybích ôk“, je vhodné vykonať modifikáciu spôsobu podľa tohto vynálezu inými známymi účinnými spôsobmi, ako napríklad podľa čs. autorského osvedčenia č. 223 036.

Ako voľnoradikálové iniciátory prichádzajú do úvahy jednak známe vopred pripravené, jednak vytvárané „in situ“ z východiskových surovín. K najbežnejším patria diacylperoxydy, ako dipropionylperoxid, dilauroylperoxid, dioktanoylperoxid, diaroylperoxydy, ako dibenzoylperoxydy, di-(2,4-dichlórbenzoyl)peroxid ap., 2,2'-azo-bis-izobutyronitril a acetocyklohexánsulfonylperoxid. Ďalej dialkylperoxydikarbonáty, ako bis(4-terc-butylcyklohexyl)-peroxydikarbonát, di-cyklohexylperoxid, dioktanoylperoxid, diaroylperoxid, karbonát, di-sekbutylperoxydikarbonát, di-izopropylperoxydikarbonát. Potom terc-butylperoxy-2-etylhexanoát, terc.-butylperoxy-izobutyrrát apod. Významnú skupinu tvoria zmesné a zmiešané organické peroxyzlúčeniny, ako napríklad obecného vzorca $R'OCO-OO-COR''$, v ktorom R' a R'' sú totožné alebo rozdielne, pričom R' a R'' predstavujú alkyl C_2 až C_{18} , halogénalkyl C_2 až C_{18} , alkenyl C_3 až C_{18} , hydroxyalkyl C_2 až C_{18} , fenyl, alkylfenyl, halogénfenyl, spravidla kombinované s dialkylperoxydikarbonátom alebo diaroylperoxydmi. Pomocné látky predstavujú ochranné koloidy a dispergátory. Potom regulátory molekulovej hmotnosti, organické redukčné činidlá, antioxidanty, prísady proti zanášaní stien autoklávov, vyššie alifatické nenasýtené alkoholy C_{12} a C_{18} , pufrovacie a neutralizačné činidlá a podobne. Z týchto pomocných látok sa najmenej jedna aplikuje pri každej suspenznej polymerácii vinylchloridu.

Spôsobom podľa tohto vynálezu vyrobený suspenzný PVC musí mať K-hodnotu v rozsahu od 69 do 80. Najvhodnejšia je však K-hodnota v rozsahu 70 až 73 ako z hľadiska spracovateľnosti, tak aj dobrých pevnostných vlastností vyrobených tvrdých výrobkov, hlavne tlakových rúr. Pri vyššej K-hodnote ako 73 sa síce z takého PVC vyrábajú pevnostne ešte kvalitnejšie rúry, ale pri spracovaní je zapotreby vyššia spracovateľská teplota na vytlačovacích zariadeniach, a tým aj vyššia spotreba elektrickej energie. Pri K-hodnote nižšej ako 70 sa zasa dosahuje

a poznanie nižšia pevnosť rúr. Absorpcia zmäkčovadla je vhodná z hľadiska kvality PVC čo najvyššia, to znamená, čo najnižšia časová hodnota. Avšak dobrá absorpcia zmäkčovadla práškov PVC, resp. jeho vysoká pórovitosť buď na úkor zníženia konverzie vinylchloridu, a teda výťažkov PVC, alebo enormne vysokými prísadami modifikátorov. Vysoký nadsitný podiel zhoršuje spracovateľnosť prášku PVC. Vodný modul má tiež vplyv na sytnú hmotnosť, ako aj distribúciu častíc, sčasti aj na morfológiu zrna, podobne ako kvalita a množstvo dispergátora. Z dispergátorov pre spôsob podľa tohto vynálezu najshodnejšie sú metylhydroxypropylcelulóza a hydroxypropylcelulóza. Vhodné sú tiež hydroxyetylcelulóza, hydroxybutylcelulóza, etylhydroxypropylcelulóza a ďalšie deriváty celulózy, podobne ako aj parciálne zmydelnený polyvinylacetát a polyvinylalkohol.

Modifikátor alebo zmes modifikátorov častíc PVC, hlavne morfológie a sčasti aj granulometrie častíc sa aplikuje v množstve 0,01 až 0,5 % hmot., počítané na vinylchlorid. Nižšie, než uvedené množstvá sú málo účinné a vyššie, okrem zvýšených nákladov si vyžadujú účinnejšie pranie prášku.

Vhodným, účinným modifikátorom sú vedľajšie produkty z výroby 2-etylhexanolu oxo-procesom z propénu, oxidu uhoľnatého a vodíka. Kvalitnejšie sú ťažké vedľajšie podiely z rektifikácie 2-etylhexanolu (2-EHTP), pozostávajúce hlavne z 2-etylhexanolu, jednomocných a dvojmocných alkoholov C_8 až C_{12} , esterov, éterov a acetálov. Pritom je vhodné dbať, aby % hmot. OH bolo v rozsahu 8 až 14. Zvlášťcennými komponentmi sú hlavne dioly a nenasýtené a nasýtené alkoholy.

Menej vhodné, ale použiteľné sú ľahké podiely z rektifikácie 2-etylhexanolu (2-EHTP) obsahujúce približne 20 % hmot. izobutanolu a 50 % hmot. n-butanolu, okolo 15 percent 2-etylhexanolu, 4 % hmot. 3-heptánu, 4 % izoamylalkoholu, 2 % hmot. 2-etylhexanolu, esterov a acetálov.

Ďalším vhodným modifikátorom je zmes monoglyceridov, diglyceridov a triglyceridov vyšších masných kyselín, resp. parciálne zmydelnené tuky. Ide spravidla o komerčné produkty používané ako emulgátory v potravinárskom priemysle (napríklad Emulgátor C-EC).

Potom produkty polyadície propylénoxidu alebo propylénoxidu a etylénoxidu na glycerol alebo trimetylolpropán. Ich molekulová hmotnosť je obvykle 2800 až 3800 a hydroxylové číslo 44 až 60, prípadne až 460 mg KOH/g. Ide spravidla o komerčné produkty — polyéterpolyoly (Slovaprop TMP-56 a TMP-48, Slovaprop T 45), používané na výrobu polyuretánov, najmä mäkkých a polotvrdých polyuretánových pien.

Ďalšie podrobnosti, ako aj ďalšie výhody spôsobu výroby suspenzného PVC podľa tohto vynálezu sú zrejmé z príkladov.

Príklad 1

Do autoklávu z nehrdzavejúcej ocele o objeme 250 dm³, opatreného duplikátorom, propelerovým miešadlom a tromi vertikálnymi zarážkami sa nadávkuje 104 kg demineralizovanej vody, 0,044 kg metylhydroxypropylcelulózy [Methocel F-50] vo forme vodného roztoku o koncentrácii 2 % hmot. a 0,022 kg hydroxypropylcelulózy [Klucel J] takisto vo forme vodného roztoku o koncentrácii 2 % hmot. Ďalej 0,013 kg oleylalkoholu, 0,002 kg 2,6-di-terc-butyl-4-metylphenolu [antioxydant 4K], 0,095 kg zmesných organických peroxidov [EHP-80] vo forme xylénového roztoku o konc. 50 % hmot., 0,020 kg uhličitanu sodného vo forme roztoku a prípadne modifikátor častíc, resp. morfológie častíc. Nato sa autokláv uzavrie a inertizuje trojnásobným prefúkaním dusíkom do pretlaku 0,4 MPa. Potom sa privedie 73 kg vinylchloridu a začne sa vyhrievanie za neustáleho miešania (300 obrátok miešadla/min⁻¹) až do dosiahnutia polymerizačnej teploty 52 °C. Táto sa udržiava s presnosťou $\pm 0,5$ °C. Pri poklese tlaku o 0,3 MPa sa ukončí suspenzná polymerizácia vinylchloridu tak, že sa odplyní neskonvertovaný vinylchlorid až na nulový pretlak v autokláve. Potom sa obsah autoklávu pomaly vyhreje na teplotu 60 °C, pri ktorej sa udržiava počas 30 min. za súčasného odvádzania („odplyňovania“) zvyškového vinylchloridu. Nato sa obsah autoklávu schladí na 30 °C a suspenzia sa spracuje demonomerizáciou, odstredovaním, prípadne s ďalšou demonomerizáciou a potom sušením pri teplote 65 °C. Výťažky PVC (s obsahom voľného monoméru pod $5 \cdot 10^{-4}$ % hmot. a prchavých látok pod 0,3 % hmot. dosahujú okolo 90 %.

Ako modifikátory suspenznej polymerizácie, zvlášť modifikátory morfológie častíc sa používajú:

- a) Zmes vyšších mastných jednomocných a dvojmocných alkoholov, esterov, acetalov a ďalších kyslíkatých organických zlúčenín, vznikajúce ako vedľajšie, zvlášť ťažké podiely (2-EHTP) pri výrobe 2-etylhexanolu oxoprocesom. Ide o olejovitú bezfarebnú až slabožltozelenú kvapalinu so začiatkom destilácie pri teplote 184 °C a koncovou teplotou 285 °C, po dosiahnutí, ktorej vydestiluje z objemu 100 cm³ celkom 86 cm³ destilátu; hustota pri 20 °C = 905,3 kg . m⁻³; viskozita pri 20 °C = 133,7 mPa . s a pri teplote 30 °C = 61,2 mPa . s; voda = 0,73 % hmot.; zmes najmenej 10 kyslíkatých organických zlúčenín; číslo zmydelnenia = 20,9 KOH/g; čís-

lo kyslosti = 0,62 mg KOH/g; brómové číslo = 6,35 g Br/100 g; CHO = 0,11 % hmot.; OH = 12,15 % hmot.; butyraldehyd-diizobutylacetát = 0,7 % hmot.; 2-etylhexanol = 23,0 % hmot.; zmes diolu C₁₂ a dedekanolu = 44,1 % hmot.; popol < 0,01 % hmot.

- b) Zmesný ester glycerolu s kyselinou steárovou a prípadne palmitovou a olejovou, resp. parciálne zmydelnený tuk (Emulgátor C, skr. EC) s teplotou topenia max. 40 °C, s obsahom monoglyceridov do 30 % hmot. a obsahom vody pod 1 % hmot.
- c) Polyéterpolyol, resp. polypropoxylovaný trimetylolpropán (Slovaprop TMP-56) o molekulovej hmotnosti (3000 $\pm$ 200) g . mol⁻¹, hydroxylovom čísle 56 $\pm$ 4 mg . KOH/g; číslo kyslosti max. 0,15 mg KOH/gramov; vody do 0,2 % hmot.; nenasýtenosti 0,06 mekv./g; viskozita pri 25 °C = 0,5 Pa . s; obsah draslíka a sodíka spolu $8 \cdot 10^{-4}$ % hmot.
- d) Kopolyméry polypropoxylovaný a polyetoxylovaný (s 10 % etylénoxidu) trimetylolpropán (Slovaprop TMP-48) o molekulovej hmotnosti (3600 $\pm$ 200) g . mol⁻¹; hydroxylovom čísle 48 $\pm$ 4 mg KOH/g; viskozita pri 25 °C = 0,5 Pa . s; obsah sodíka a draslíka spolu $7 \cdot 10^{-4}$ % hmot.

Dosiahnuté výsledky zvoriek suspenzného PVC jednotlivých pokusov v závislosti od druhu a množstva modifikátora na niektoré dôležité fyzikálne, mechanické a fyzikálno-chemické parametre sú uvedené v tab. 1.

Prítom K-hodnota sa stanovuje podľa ČSN 64 3200; sypaná hmotnosť prášku podľa ČSN 64 0804; absorpcia zmäkčovadla podľa ČSN 64 3200; sitová analýza podľa ČSN 64 0212 a pórovitosť-absorpcia zmäkčovadla na odstredivke, ktorá je inertnou uzáňnou metódou. Uskutočňuje sa tak, že do frity sa naváži 10 g suspenzného PVC a pridá sa 10 cm³ dioktylfthalátu, ručne sa zamieša a nechá stáť 10 min. pri teplote miestnosti. Potom sa nasadí frita so vzorkou PVC do odstredivky a nechá sa odstredovať počas 1 hod. pri 2500 obr./min. Nato sa frita vyberie, očistí od zvyškov zmäkčovadla a znova sa zváži. Rozdiel hmotností odpovedá absorbovanému zmäkčovadlu. Tento výjádrený v percentách charakterizuje kvantitatívne pórovitosť, resp. absorpciu zmäkčovadla na odstredivke.

Z výsledkov v tab. 1 vidno pozitívny účinok modifikátorov na morfológiu častíc, čo sa prejavuje zvýšením ich pórovitosti a tým aj rýchlosti absorpcie zmäkčovadla.

Tabuľka 1

Číslo pokusu	Použitý modifikátor druh	množstvo (kg)	K-hodnota	Najdôležitejšie kvalitatívne parametre prášku susp. PVC				Sitová analýza	
				sypná hmotnosť [kg · dm ⁻³]	absorpčia zmäkčovadla [min.]	pórovitosť-absorpčia zmäkčovadla na odstredivke (%)	0,25 mm (%)	0,063 mm (%)	
1	bez modifikátora	—	71	0,518	25	20,1	0,4	92,3	
3	2-EHTP	0,02	71	0,515	12	24,6	0,8	90,2	
8	2-EHTP	0,15	70	0,514	9	24,0	0,4	92,2	
2	EC	0,02	71	0,516	21	21,9	0,1	91,9	
14	EC	0,10	71,4	0,519	16	23,6	0,8	90,6	
4	TMP-48	0,02	70,9	0,512	21	22,2	0,1	89,6	
9	TMP-48	0,20	72,0	0,518	17	22,6	1,2	89,8	
5	TMP-56	0,02	71,2	0,516	24	20,8	0,8	89,8	
10	TMP-56	0,20	71,5	0,517	15	23,4	1,2	95,4	

Príklad 2

Postupuje sa podobne ako v príklade 1, len teplota suspenznej polymerizácie je $50 \pm 0,5$ stupňov Celsia. Bez použitia prísady modifikátora morfológie častíc K-hodnota vyrobeného prášku PVC je 72,7, pričom jeho absorpcia zmäkčovadla je 24 min.; sypná hmotnosť dosahuje $0,510 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ a sypavosť (podľa ČSN 640803) 21,8 s. Doba plastifikácie na Brabenderi dosahuje 12,5 min., dynamická absorpcia na Brabenderi 1172,8 J a odstredivková absorpcia (pórovitosť) 21,8 %. Naproti tomu v pokusoch s prísadami po 20 g modifikátorov 2-EHTP a EC sa dosahuje K-hodnota 72,6, resp. 72,8; absorpcia zmäkčovadla po 21 min.; sypná hmotnosť 0,516, resp. 0,504 $\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3}$; sypavosť 22,4, resp. 21,6 s; doba plastifikácie 10, resp. 11,5 min.; dynamická absorpcia na Brabenderi 637,3 J a 653,8 J; odstredivková absorpcia (pórovitosť) 22,4 a 22,6 %.

Dynamická absorpcia, respektive absorpčná schopnosť suspenzného PVC sa stanovuje v planetárnom mixéri P-600 typu Brabender pri teplote plášťa mixéra 88 °C, počte 100 obrátok mixéra/min.; váhadlo 1 : 1; hlava jedenkrát; tlmenie 3 s. Absorpčná mohutnosť PVC je nepriamo úmerná ploche pod zaznamenanou krivkou krútiaceho momentu vynaloženého na pohon planetárneho mixéra od doby (okamihu) nadávkovania dioktylfthalátu po dosiahnutie bodu suchosti. Integrovaná plocha sa vyjadruje v hodnotách vykonanej práce [J].

Stanovenie doby plastifikácie sa robí pomocou plastografu Brabender (typ W-30 H), pričom zmes PVC, stabilizátora a mastiva sa pripravuje miešaním na vysokoobrátkovej miešačke. Teplota zmesi v hnetači sa nechá autogénne vystúpiť na 130 °C. Plastifikačným časom sa potom rozumie čas od nadávkovania zmesi po dosiahnutie maximálneho krútiaceho momentu hnetača.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby suspenzného polyvinylchloridu zvlášť vhodného na výrobu tlakových rúr o K-hodnote 69 až 80, s výhodou 70 až 74, sypnej hmotnosti 0,5 až 0,65 $\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3}$, s výhodou 0,54 až 0,60 $\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3}$, absorpciou zmäkčovadla 2 až 23 min., s výhodou 5 až 12, so zvyškom na site 0,25 mm 0,0 až 3,0 % a na site 0,063 mm 85 až 99 %, sypavosti 12 až 25 s, s výhodou 15 až 20 s, cez lievnik o priemere 10 mm, suspenznou homopolymerizáciou vinylchloridu za iniciačného účinku voľnoradikálových iniciátorov a prítomnosti pomocných látok, vyznačujúci sa tým, že suspenzná homopolymerizácia vinylchloridu sa uskutočňuje pri teplote 40 až 56 °C, s výhodou 49 až 53 °C, pri hmotnostnom vyjadrení vodného modulu vodná fáza/vinylchlorid = 1,0 až 2,0, s výhodou 1,25 až 1,7, pri celkovom obsahu ochranných koloidov ako dispergátorov na báze derivátov celulózy a/

/alebo polyvinylalkoholu v celkovom množstve 0,02 až 0,2 % hmot., s výhodou 0,05 až 0,1 % hmot., počítané na vinylchlorid, zmesi a/alebo zmesných iniciátorov v celkovom množstve 0,03 až 0,4 % hmot., s výhodou 0,1 až 0,2 % hmot., a modifikátora a/alebo zmesi modifikátorov častíc polyvinylchloridu na báze vedľajších organických kyslíkatých produktov z výroby 2-etylhexanolu oxoprocenom, pozostávajúcich prevážne zo zmesi esterov, acetálov a jednomocných a/alebo dvojmocných alkoholov C_4 až C_8 a C_{12} , a/alebo zmesi mono-, di- a triglyceridov mastných kyselín C_{14} až C_{18} a/alebo produktu polyadície aspoň jedného olefinoxidu C_2 až C_3 na trojmocný alkohol, pričom homopolymerizácia sa vedie až do poklesu tlaku v reaktore o 0,1 až 0,6 MPa, s výhodou 0,15 až 0,35 MPa.