



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 973

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 21 05 82
(21) PV 3760-82

(51) Int. Cl.³

C 08 F 120/06

//C 04 B 33/28

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 01 86

(75)

Autor vynálezu DNEBOSKÝ JOSEF ing., PRAHA

PICHRT ALEŠ, SOKOLOV

JEDLIČKA PAVEL ing.CSc., KARLOVY VARY

(54)

Způsob přípravy alkalických solí nebo amonné soli nízkomolekulární kyseliny polyakrylové

1

Vynález se týká přípravy alkalických solí nebo amonné soli nízkomolekulární kyseliny polyakrylové speciálním výrobním postupem. Produkty získané tímto postupem mají výraznou deflokační účinnost pro vodní minerální suspenze. Účinek deflokuačních činidel je závislý jednak na povrchové adsorpci a jednak na délce řetězce nebo molekulové hmotnosti. Polymery na bázi kyseliny akrylové jsou velmi silně adsorbovány na povrchu anorganických materiálů. Jsou proto při dosažení vhodné délky polymerního řetězce použitelné jako účinná deflokuační činidla keramických suspenzí, nátěrových papírenských směsí, cementových kompozic a příbuzných hmot.

Výsledky experimentálních prací prokázaly, že při zachování určitého technologického postupu řízené radikálové roztokové polymerace kyseliny akrylové je možné připravit homogenní dlouhodobě skladovatelné a mrazuvzdorné vodorozpustné polymery, které propůjčují suspenzím vyšší viskozitní stabilitu a umožňují dosažení vyššího stupně deflokuační než přírodní látky a než polyfosfátová deflokuační činidla. Výrazné jsou proto tyto vlastnosti při aplikaci sodných solí těchto polymerů, které odolávají bakteriologickému napadení a nepodporují růst plísní, což zvyšuje stálost suspenzí. Rovněž jejich toxicita je nízká, protože vykazují škodlivé účinky při použití až nad hranicí 1 g na kg tělesné hmotnosti.

Dosavadní způsoby přípravy nízkomolekulární kyseliny polyakrylové vedoucí k obdobným deflokuačním účinkům jejich alkalických nebo amonných solí používají k regulaci molekulové hmotnosti kyselinu thieglykolovou v množství kolem 10% /Wegmund B.: Dos 2 461 164/1976/, Wegmund, B., Vehle V.: Dos 2 730 645/1977/, Rice H., Gizek J.: US pat. 3 665 035/1972/.

Tato látka je však jedovatá /akutní orální toxocota-látka středně jedovatá, chronická toxicita 4 - srovnatelná s pentachlorofenolem, silný alergen/ a její používání je i ekonomicky nevýhodné. Jiným postupem polymerace podle čs. autorského osvědčení č. 156804 s použitím izopropylalkoholu při 80 °C lze získat polymer, jehož alkalické sole mají nižší deflekuační účinnost než alkalické sole podle vynálezu.

Podstatou vynálezu je výrobní postup zaručující uvedené vlastnosti konečného produktu. Příprava nízkemolekulárních vederezpustných polyakrylátových polymerů spočívá v řízené radikálové roztokové polymeraci kyseliny akrylové ve smíšeném prostředí vody a izopropylalkoholu s výhodou v inertní atmosféře za přítomnosti vhodného iniciačního systému na bázi peroxodisíranu a/nebo alifatických azolátek a případně dalšího regulátoru molekulové hmotnosti s následným převedením na sodnou a/nebo draselnou a/nebo amonnou sůl převáděné tím způsobem, že do polymeračního prostředí taveného 1 až 30 hmot. díly vody a případně 6 až 30 hmot. díly izopropylalkoholu vyhřátého na polymerační teplotu 82 až 100 °C se po možném předchozím přidávku až 60 hmot. % celkového množství iniciačního systému sestávajícího z roztoku 0,2 až 3 hmot. dílu peroxodisíranu amonného a/nebo draselného v 0,5 až 10 hmot. dílech vody a/nebo sestávajícího z 0,06 až 1,0 hmot. dílu azo-bis-izobutyronitrilu rozptýleného v 0,5 až 6 hmot. dílech izopropylalkoholu postupně dávákuje po dobu 0,5 až 6 hodin uvedený iniciační systém nebo jeho zbytek a současně s ním reakční směs připravená smísením 8 až 35 hmot. dílu kyseliny akrylové s až 30 hmot. díly izopropylalkoholu a až 50 hmot. díly vody. Před dodávkováním reakční směsi nebo po jeho skončení lze s výhodou při polymerační teplotě zahájit oddestilování izopropylalkoholu z polymeračního produktu během 0,5 až 6 hodin a při nebo po jeho ochlazení provést úpravu převedením vzniklé kyseliny polyakrylové na její soli neutralizací pomocí hydroxidu sodného, draselného nebo amoniaku nebo jejich směsí, případně lze provést oddestilování izopropylalkoholu až po neutralizaci z hotového produktu, přičemž se získá produkt jmenovaných vlastností.

Produkty podle vynálezu jsou připravitelné pouze v úzkém rozmezí polymeračních podmínek při zachování uvedeného polymeračního postupu. Zásadně se postupuje tak, že se do polymeračního reaktoru předloží část vedné fáze a z druhé části se připraví reakční směs s přidávkou izopropylalkoholu nepřevyšujícím množstvím celkově použité vody. Reakční směs se pak přidává k násadě v reaktoru současně s dávkováním iniciačního systému s výhodou při 85 až 90 °C. Obsah reaktoru se míchá po celou dobu polymerace a dále se ještě vyhřívá po ukončení dávkování reakční směsi při teplotě pod teplotou varu vody. Tento postup je technologicky výhodnější než desavadní postupy polymerace vzhledem k omezenému obsahu oddestilovávaného izopropylalkoholu a přináší lepší kvalitu v užší distribuci molekulových hmotností a snadnějším převáděním polymeru na vodný roztok, u které nedochází k separaci fází při dlouhodobém skladování. Získané polymery jsou stabilní a nedegradují i po skladování v rozmezí teplot -20 až + 100 °C.

Následující příklad provedení uvádí možný způsob přípravy nízkemolekulární kyseliny polyakrylové podle vynálezu aniž vyčerpává všechny možnosti dané rozsahem předmětu vynálezu:

Příklad 1

Do polymeračního reaktoru se předloží 10,5 hmot. dílu vody a za stálého míchání při obvodové rychlosti míchadla 2,8 m/s a zavádění dusíku se vyhřeje na polymerační teplotu 85 až 95 °C, kdy se přidá 0,07 hmot. dílu peroxodisíranu amonného rozpouštěného v 0,85 hmot. dílu

vedy. Potom se zahájí dávkování reakční směsi složené z 17,8 dílů kyseliny akrylové, 16 hmet. dílů izopropylalkoholu a 8,6 hmet. dílů vody do reaktoru rychlostí 21 hmet. dílu za hodinu při současném dávkování roztoku iniciátoru složeného z 0,21 hmet. dílu peroxodisíranu amonného rozpuštěného v 6,8 hmet. dílech vody rychlostí 3,4 hmet. dílu za hodinu. Po dodávkování reakční směsi a roztoku iniciátoru se polymerační teplota udržuje v rozmezí 85 až 90 °C ještě 2 až 3 hodiny a provádí se oddestilování 16 hmet. dílů izopropylalkoholu z reaktoru. Následně se provede ochlazení reaktoru pod teplotu 40 °C a zahájí se dávkování neutralizačního roztoku složeného z 9,6 hmet. dílů hydroxidu sodného rozpuštěného ve 29,6 dílech vody do reaktoru rychlostí 39,2 hmet. dílu za hodinu. Po skončení neutralizace se produkt homogenizuje nejméně 15 minut a stáčí se do obalů.

Příklad 2

Účinnost deflekačních činidel lze měřit porovnáním reologických vlastností deflekovatelných kaolínových suspenzí na rotačním válcovém viskozimetru Rheotest 2 při teplotě 24 °C. Suspenze se připravují rozmícháním přesného množství kaolínu v destilované vodě, do níž se odměřuje dávka deflekačního činidla. Přídavky činidla % se vztahují na sušinu suspenze a na 100 % činidla. Suspenze se míchá na míchačce při 600 ot/min po dobu 3 hod a pak se provede měření zdánlivé viskozity /mPa.s/.

Optimální přídavky deflekačních činidel % a dosažená minimální zdánlivá viskozita suspenzí kaolínu /mPa.s/ z lokality Sedlec

	seda	vední sklo	Na-sůl polymeru podle čs. AO č. 156804	Na-sůl polymeru podle výsledku
%	0,20	0,08	0,37	0,30
mPa.s	118	135	230	95

Srovnání deflekační účinnosti činidel při jednorázovém přídavku do suspenze kaolínu z lokality Podbořany

	seda	vední sklo	Na-sůl polymeru podle čs. AO č. 156804	Na-sůl polymeru podle výsledku
%	0,15	0,15	0,15	0,15
mPa.s	270	204	190	130

Alkalických nebo amonných solí nízkomolekulární kyseliny polyakrylové, připravených způsobem podle výsledku lze v důsledku jejich výrazného deflekačního účinku použít všude tam, kde je třeba ve vodných suspenzích dosahovat co nejvyššího obsahu sušiny, jako například v případech keramických, papírenských a stavebních suspenzí.

P R Ě D M Ě T V Ý N Ě S U

Způsob přípravy alkalických solí nebo amonné soli nízkomolekulární kyseliny polyakrylové řízenou radikálovou roztokovou polymerací ve smíšeném prostředí vody a izopropylalkoholu s výhodou v inertní atmosféře za přítomnosti vhodného iniciačního systému na bázi peroxeslučenin a/nebo alifatických azelátů a případně dalších regulátorů molekulové hmotnosti s následujícím převodem na sodnou a/nebo draselnou a/nebo amonnou sůl, vynalezený tím, že do polymeračního prostředí tvořeného 1 až 30 hmet. díly vody a případně 6 až 30 hmet. díly izopropylalkoholu vyhřátého na polymerační teplotu 82 až 100 °C se postupně dává po dobu 0,5 až 6 hodin uvedený iniciační systém nebo jeho zbytek a současně s ním reakční směs připravená

smísením 8 až 35 hmet. dílů kyseliny akrylové, až 30 hmet. dílů isopropylalkoholu a až 50 hmet. dílů vody, s výhodou tak, že celkový přírůstek isopropylalkoholu nepřevyší množství vody a vzniklý polymer se převede na sodnou a/nebo draselnou a/nebo amonnou sůl.