

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

255392
(11) (B1)

(22) Prihlášené 11 07 86
(21) (PV 5298-86.A)

(51) Int. Cl.⁴
C 08 F 120/18
C 08 F 2/26

(40) Zverejnené 11 06 87

(45) Vydané 15 11 88

(75)
Autor vynálezu

CAPEK IGNÁC RNDr. CSc., BARTOŇ JAROSLAV ing. DrSc.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou butylakrylátu

1

1

Účelom spôsobu prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou je zlepšenie teplotnej regulácie polymerizácie a kvality polybutylakrylátového latexu. Uvedený účel sa dosiahne tak, že sa butylakrylát polymerizuje pôsobením iniciátora persulfátu amónneho, inhibítora hydrochinónu a emulgátora sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzendisulfónovej. Spôsob prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou má použitie v chémii pri príprave latexových náterových látok a koželužských disperzných prípravkov.

Vynález sa týka spôsobu prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou butylakrylátu.

Emulzná polymerizácia sa používa k príprave špeciálnych polymérov a polymérových disperzií pre rôzne aplikácie v kožiarskom, textilnom, obuvníckom a v stavebníctve k povrchovým úpravám. Pre emulzné polymerizácie akrylátových monomérov sú charakteristické ich vysoké rýchlosti polymerizácie, čo však je nevýhodné pre ťažkosti pri kontrole a regulácii exotermných polymerizačných procesov najmä pri príprave väčších množstiev polymérových latexov. Je známe, že so vzrastom koncentrácie emulgátora vzrastá rýchlosť polymerizácie a stabilita polymérovej emulzie [W. V. Smith, R. H. Ewart: J. Chem. Phys. 16, 592 (1948)]. Avšak pri emulznej polymerizácii akrylátových monomérov vzrast koncentrácie emulgátora priamoúmerne zvyšuje rýchlosť polymerizácie s negatívnym dopadom na teplotnú reguláciu procesu a kvalitu disperzie.

Uvedené nevýhody v podstatnej miere odstraňuje spôsob prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou butylakrylátu pôsobením iniciátora persulfátu amónneho a inhibítora hydrochinónu, ktorého podstata spočíva v tom, že sa ako emulgátor pridá sodná soľ dodecylfenoxibenzenedisulfónovej kyseliny.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou butylakrylátu oproti doterajším spôsobom prípravy je, že predmetným spôsobom rýchlosť polymerizácie je nižšia so zvyšovaním koncentrácie aniónového emulgátora sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej. So vzrastom koncentrácie emulgátora vzrastá retardačný účinok hydrochinónu a klesá jeho inhibičný účinok. Ďalšou výhodou je, že k regulácii rýchlosti polymerizácie je možno použiť nízkych koncentrácií inhibítora a tým zníženia bočných reakcií a účinkov behom polymerizácie. Vyššia retardačná účinnosť hydrochinónu je výsledkom interakcie aniónového emulgátora sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej. Interakcia emulgátora s hydrochinónom vedie k zvýšenej reaktivite inhibítora a jeho koncentrácie na povrchu latexových častíc v blízkosti reakčných centier a k poklesu jeho koncentrácie vo vodnej fáze.

Príklad 1

Do trojhrdlej reakčnej banky objemu 500 mililitrov opatrenej miešadlom, spätným chladičom, prívodom pre dusík a zariadením pre kontinuálny odber vzorky latexu sa vpravuje 140 ml destilovanej vody, 97 g butylakrylátu a 0,45 g sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej (emulgátor, Dowfax 2A1). Po 30 minútovom mieša-

ni (400 otáčok za minútu), pri teplote 70 °C sa pridá postupne 0,7775 g persulfátu amónneho (iniciátor) a 0,027 g hydrochinónu (inhibitor). V priebehu polymerizácie sa odoberie po 1 ml latexu k izolácii polyméru a k stanoveniu stupňa konverzie. Polymér sa predsuší pri teplote 20 stupňov Celzia po aguluje v metanole okyselenom kyselinou chlorovodíkovou na pH = 2. Získaný skoagulovaný polymér sa premýva destilovanou vodou a vysuší pri teplote 20 °C.

Vysušený polymér sa rozpustí v acetóne a prezráža v metanole, prezrážaný polymér sa predsuší pri teplote 20 stupňov Celzia po dobu 24 hodín a dosuší pri tlaku 5 kPa pri teplote 60 °C po dobu 8 hodín. Z takto získaných údajov o množstve vznikajúceho polyméru za daný časový úsek sa vypočíta časový priebeh polymerizácie inhibičná perióda a rýchlosť polymerizácie [D. Mikulášová: Makromolekulová chémia, ES SVŠT, Bratislava, 1967, str. 108]. Rýchlosť polymerizácie je 0,9 % konverzie za minútu a inhibičná perióda je 10 minút.

Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije ako emulgátor 0,72 g sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej. Rýchlosť polymerizácie je 0,5 perc. konverzie za minútu a inhibičná perióda je 9 minút.

Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije ako emulgátor 1,8 g sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej. Rýchlosť polymerizácie je 0,27 perc. konverzie za minútu a inhibičná perióda je 8,5 minút.

Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije ako emulgátor 5,36 g sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej. Rýchlosť polymerizácie je 0,16 perc. konverzie za minútu a inhibičná perióda je 8 minút.

Pre porovnanie účinku emulgátora sodnej soli kyseliny dodecylfenoxibenzenedisulfónovej s doteraz používanými emulgátormi, napr. dodecylamínchlorid, uvádzame nasledovný príklad [F. A. Bovey, I. M. Kolthoff: J. Polym. Sci. 5, 569 (1950)]:

Príklad 5

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije ako emulgátor 4,94 g dodecylamínchloridu, ako iniciátor 0,29 g persulfátu draselného, 0,0044 g hydrochinónu a ako monomér styrén. Polymerizuje

sa pri teplote 50 °C. Rýchlosť polymerizácie je 1 % konverzie za minútu a inhibičná perióda je 70 minút.

Vynález môže nájsť široké použitie v chémii pri príprave náterových látok a kožeušských prípravkov.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy polybutylakrylátu emulznou polymerizáciou butylakrylátu pôsobením iniciátora persulfátu amónneho a in-

hibítora hydrochinónu, vyznačujúci sa tým, že sa ako emulgátor pridá sodná soľ kyseliny dodecylfenoxysulfónovej.