



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114426627 B

(45) 授权公告日 2023.10.13

(21) 申请号 202011102389.2

C08F 210/02 (2006.01)

(22) 申请日 2020.10.15

C08F 2/30 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C09J 131/04 (2006.01)

申请公布号 CN 114426627 A

B32B 7/12 (2006.01)

B32B 27/10 (2006.01)

(43) 申请公布日 2022.05.03

(56) 对比文件

(73) 专利权人 中国石油化工股份有限公司

CN 101407567 A, 2009.04.15

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22号

US 5070134 A, 1991.12.03

专利权人 中国石化集团重庆川维化工有限
公司
重庆川维科技有限公司

CN 108219054 A, 2018.06.29

CN 102603955 A, 2012.07.25

CN 102333799 A, 2012.01.25

US 5939505 A, 1999.08.17

(72) 发明人 邱萱 吴江江 曹勇 罗丽华
黄威辉

US 3644262 A, 1972.02.22

CN 1974617 A, 2007.06.06

US 6673862 B1, 2004.01.06

(74) 专利代理机构 重庆弘旭专利代理有限责任
公司 50209

北京粘接学会编译. 乙烯含量. 《胶粘剂技术
与应用手册》. 宇航出版社, 1991, 第399页.

专利代理师 张建

审查员 刘枫

(51) Int. Cl.

C08F 218/08 (2006.01)

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

稳定性优异的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液及
其制备方法

(57) 摘要

本发明属于醋酸乙烯酯技术领域, 具体涉及
一种稳定性优异的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液。
所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的乙烯含量为
19.7%-21.1%。该醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的
稳定性优异。

1. 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,其特征在于,乙烯含量为19.7%-21.1%;其制备方法包括以下步骤:

向反应釜内加入乳化剂、水和初始保护胶体溶液,搅拌均匀后加入占总量30%-60%的醋酸乙烯,并升温,通入乙烯升压;

当温度升到50-60℃,压力达到2.0-3.0MPa时,开始以0.5-1.5kg/min的速率加入引发体系溶液,当釜内温度达到75-80℃,压力升至4.0-5.0MPa时,于60-80min内加入剩余的醋酸乙烯,并控制反应釜温度为78-82℃;

在最后的10%-25%的醋酸乙烯加料前,升压至5.5-6.5MPa,升温至88-92℃,将引发体系溶液加料速率控制在5-15kg/min,同时滴加剩余的保护胶体溶液;

剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,剩余的引发体系溶液加料速率控制住1-3kg/min;随后降至常温常压,加入pH调节剂,过滤、出料;

所述初始保护胶体溶液的用量为总量的60%-70%;

以质量份计,配比关系为:醋酸乙烯35-48份、乙烯适量、乳化剂0.3-0.7份、保护胶体2.5-4.5份、引发体系0.2-0.6份和pH调节剂0.1-0.2份;

所述乳化剂为非离子乳化剂。

2. 根据权利要求1所述的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,其特征在于,分子量为370000-410000。

3. 根据权利要求1或2所述的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

向反应釜内加入乳化剂、水和初始保护胶体溶液,搅拌均匀后加入占总量30%-60%的醋酸乙烯,并升温,通入乙烯升压;

当温度升到50-60℃,压力达到2.0-3.0MPa时,开始以0.5-1.5kg/min的速率加入引发体系溶液,当釜内温度达到75-80℃,压力升至4.0-5.0MPa时,于60-80min内加入剩余的醋酸乙烯,并控制反应釜温度为78-82℃;

在最后的10%-25%的醋酸乙烯加料前,升压至5.5-6.5MPa,升温至88-92℃,将引发体系溶液加料速率控制在5-15kg/min,同时滴加剩余的保护胶体溶液;

剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,剩余的引发体系溶液加料速率控制住1-3kg/min;随后降至常温常压,加入pH调节剂,过滤、出料;

所述初始保护胶体溶液的用量为总量的60%-70%;

以质量份计,配比关系为:醋酸乙烯35-48份、乙烯适量、乳化剂0.3-0.7份、保护胶体2.5-4.5份、引发体系0.2-0.6份和pH调节剂0.1-0.2份;

所述乳化剂为非离子乳化剂。

4. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于,所述非离子乳化剂包括壬基酚聚氧乙烯醚或脂肪醇聚氧乙烯醚。

5. 根据权利要求3或4所述的制备方法,其特征在于,所述pH调节剂包括碳酸氢盐或醋酸盐。

6. 权利要求1或2所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液在纸塑复合制品中的应用。

稳定性优异的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于醋酸乙烯酯技术领域,具体涉及一种稳定性优异的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液及其制备方法。

背景技术

[0002] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液又名醋酸乙烯-乙烯共聚乳液、乙酸乙烯酯-乙烯共聚乳液、乙酸乙烯-乙烯共聚乳液、VAE乳液、VAE乳液等,是以醋酸乙烯和乙烯单体为基本原料,采用乳液聚合法共聚而成的(“VAE乳液研究进展”,王文婷等,中国胶粘剂,2010年第19卷第8期,第59页左栏第1段第1-3行,公开日2010年8月31日)。

[0003] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液具有较好的耐酸碱性、永久的柔韧性、良好的混容性、良好的粘接性、耐紫外老化、良好的成膜性、机械性和机械稳定性优异、耐蠕变、热封性优异等特点(“目前醋酸乙烯-乙烯(VAE)乳液应用领域的研究”,刘冬宁,中国化工贸易,2013年第10期,第181页左栏第3段第1-2行及第181页左栏第7段第1-2行,公开日2013年10月31日)。且醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液无毒无味(“VAE乳液的性能及其应用”,安瑞杰,胶粘剂市场资讯,2003年第3期,第11页第1段第1行,公开日2003年12月31日)。

[0004] 目前,醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液广泛应用于地毯、水泥砂浆改性剂、屋顶防水层及室内外墙涂料、造纸、木材、皮革、织物、镀锌钢板、铝箔等领域(“目前醋酸乙烯-乙烯(VAE)乳液应用领域的研究”,刘冬宁,中国化工贸易,2013年第10期,第181页左栏第2段第2-9行,公开日2013年10月31日)。

[0005] 然而,现有的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的稳定性不好,不能满足纸塑复合领域的应用需求。

发明内容

[0006] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种稳定性优异的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液。

[0007] 除特别说明外,本发明所述份为质量份。

[0008] 为实现上述目的,本发明的技术方案为:

[0009] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,其乙烯含量为19.7%-21.1%。

[0010] 进一步,所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的分子量为370000-410000。

[0011] 本发明的目的之二在于保护所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的制备方法,保护胶体溶液分两次加入反应体系中,初始保护胶体溶液的用量为总量的60%-70%。

[0012] 进一步,引发体系溶液的初始加料速率为0.5-1.5kg/min,在最后的10%-25%的醋酸乙烯加料前,升压至5.5-6.5MPa,升温至88-92℃,引发体系溶液加料速率控制在5-15kg/min,乙烯关闭后,引发体系溶液的加料速率控制在1-3kg/min。

[0013] 进一步,所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的制备方法,包括以下步骤:

[0014] 向反应釜内加入乳化剂、水和初始保护胶体溶液,搅拌均匀后加入占总量30%-60%的醋酸乙烯,升温并通入乙烯升压;

[0015] 当温度升到50-60℃,压力达到2.0-3.0MPa时,开始以0.5-1.5kg/min的速率加入引发体系溶液,当釜内温度达到75-80℃,于60-80min内加入剩余的醋酸乙烯,并控制反应釜温度为78-82℃;

[0016] 在最后的10%-25%的醋酸乙烯加料前,升压至5.5-6.5MPa,升温至88-92℃,将引发体系溶液加料速率控制在5-15kg/min,同时滴加剩余的保护胶体溶液;

[0017] 剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,剩余的引发体系溶液加料速率控制住1-3kg/min;

[0018] 随后降至常温常压,加入pH调节剂,过滤、出料。

[0019] 进一步,所述乳化剂包括非离子乳化剂。

[0020] 进一步,所述非离子乳化剂包括壬基酚聚氧乙烯醚或脂肪醇聚氧乙烯醚。

[0021] 进一步,所述pH调节剂包括碳酸氢盐或醋酸盐。

[0022] 进一步,以质量份计,配比关系为:醋酸乙烯35-48份、乙烯适量、乳化剂0.3-0.7份、保护胶体2.5-4.5份、引发体系0.2-0.6份和pH调节剂0.1-0.2份。

[0023] 进一步,所述引发体系包括氧化剂和还原剂。

[0024] 进一步,所述氧化剂包括过氧化氢、过硫酸钾或过硫酸铵。

[0025] 进一步,所述还原剂包括异抗坏血酸盐和/或抗坏血酸。

[0026] 进一步,氧化剂和还原剂的质量比为0.1-0.3:0.1-0.3。

[0027] 进一步,所述保护胶体包括羧基改性聚乙烯醇、乙烯基改性聚乙烯醇和常规聚乙烯醇。

[0028] 本发明中,所述常规聚乙烯醇是指未经改性处理的聚乙烯醇。

[0029] 进一步,羧基改性聚乙烯醇、乙烯基改性聚乙烯醇和常规聚乙烯醇的质量比0.5-1:1-3:1-3。

[0030] 进一步,所述羧基改性聚乙烯醇升温聚合度为300-1500,醇解度为80mol%-90mol%,羧基含量为0.5mol%-3mol%。

[0031] 进一步,所述乙烯基改性聚乙烯醇的聚合度为500-2000,醇解度为80mol%-90mol%,乙烯基含量为1mol%-5mol%。

[0032] 进一步,所述常规聚乙烯醇的聚合度为300-800、醇解度为88mol%-92mol%。

[0033] 进一步,所述乳化剂包括非离子乳化剂。

[0034] 进一步,所述非离子乳化剂包括壬基酚聚氧乙烯醚或脂肪醇聚氧乙烯醚。

[0035] 进一步,羧基改性聚乙烯醇、乙烯基改性聚乙烯醇和常规聚乙烯醇的质量比为0.5-1:1-3:1-3。

[0036] 进一步,所述羧基改性聚乙烯醇升温聚合度为300-1500,醇解度为80mol%-90mol%,羧基含量为0.5mol%-3mol%。

[0037] 进一步,所述乙烯基改性聚乙烯醇的聚合度为500-2000,醇解度为80mol%-90mol%,乙烯基含量为1mol%-5mol%。

[0038] 进一步,所述常规聚乙烯醇的聚合度为300-800、醇解度为88mol%-92mol%。

[0039] 进一步,所述引发体系包括氧化剂和还原剂。

[0040] 进一步,所述氧化剂包括过氧化氢、过硫酸钾或过硫酸铵。

[0041] 进一步,所述还原剂包括异抗坏血酸盐和/或抗坏血酸。

- [0042] 进一步,氧化剂和还原剂的质量比为0.1-0.3:0.1-0.3。
- [0043] 进一步,所述pH调节剂包括碳酸氢盐或醋酸盐。
- [0044] 进一步,以质量份计,配比关系为:单体适量、乳化剂0.3-0.7份、保护胶体2.5-4.5份、引发体系0.2-0.6份和pH调节剂0.1-0.2份。
- [0045] 本发明的目的之二在于保护所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的制备方法,包括以下步骤:
- [0046] A. 原料准备
- [0047] 配制引发体系溶液:
- [0048] 在氧化剂槽和还原剂槽中分别配制氧化剂溶液和还原剂溶液;
- [0049] 配制保护胶体溶液:在搅拌下,向溶解槽中依次水和保护胶体,随后升温至85-90℃,并保温80-100min,再降温至50-60℃备用;
- [0050] B. 投料生产
- [0051] 向反应釜内加入乳化剂、水和初始保护胶体溶液,搅拌均匀后加入占总量30%-60%的醋酸乙烯,升温并通入乙烯升压;
- [0052] 当温度升到50-60℃,压力达到2.0-3.0MPa时,开始以0.5-1.5kg/min的速率加入引发体系溶液,当釜内温度达到75-80℃,压力升至4.0-5.0MPa时,于60-80min内加入剩余的醋酸乙烯,并控制反应釜温度为78-82℃;
- [0053] 在最后的10%-25%的醋酸乙烯加料前,升压至5.5-6.5MPa,升温至88-92℃,将引发体系溶液加料速率控制在5-15kg/min,同时滴加剩余的保护胶体溶液;
- [0054] 剩余的保护胶体和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,剩余的引发体系溶液加料速率控制在1-3kg/min;
- [0055] 随后降至常温、常压,加入pH调节剂,过滤、出料。
- [0056] 本发明的目的还在于保护所述醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液在纸塑复合制品中的应用。
- [0057] 本发明的有益效果在于:
- [0058] 本发明的乳液稳定性好。
- [0059] 本发明的乳液对纸塑复合的粘结强度高。
- [0060] 本发明的制备方法简单,有利于实现工业化生产。

具体实施方式

- [0061] 所举实施例是为了更好地对本发明的内容进行说明,但并不是本发明的内容仅限于所举实施例。所以熟悉本领域的技术人员根据上述发明内容对实施方案进行非本质的改进和调整,仍属于本发明的保护范围。
- [0062] 以下聚合度按照《GB/T 12010.9-1989聚乙烯醇树脂平均聚合度测定方法》进行测定;
- [0063] 以下醇解度按照《GB/T 12010.5-2010聚乙烯醇树脂残留乙酸根(或醇解度)测定方法》进行测定;
- [0064] 以下羧基改性保护胶体的改性量的检测方法为:称取试样5-10g(称准至0.001g)置于干燥的三角瓶中,加入100mL甲醇,搅拌至全部溶解,加入4-5滴酚酞指示剂,用氢氧化

钾标准溶[C(KOH)=0.1mol/L]滴定至粉红色,30s不褪色为终点。同时以100mL甲醇做空白试验,试样的改性量以mmol/g表示,按下式计算:

$$[0065] \quad \text{改性量 (mmol/g)} = \frac{(V_1 - V_0) \times C}{m \times W}$$

[0066] 式中: V_1 ——样品消耗KOH-乙醇标准滴定溶液的体积, mL;

[0067] V_0 ——空白消耗KOH-乙醇标准滴定溶液的体积, mL;

[0068] C ——KOH-乙醇标准溶液浓度, mol/L;

[0069] m ——试样的质量, g;

[0070] W ——试样的固含量, %。

[0071] 计算平行测定结果的算术平均值,结果保留至小数点后第二位。

[0072] 其中,固含量 W 按照《GB/T11175-2002合成树脂乳液试验方法》中不挥发物的含量的检测方法进行测定。

[0073] 以下乙烯基改性保护胶体的改性量的检测方法为:将乳液样品搅拌均匀,在红外载片上铺一层乳液薄膜;在红外干燥灯下烘大约10min,直到薄膜呈透明状;将透明薄膜载片放入傅里叶变换红外光谱仪的测量槽中,测其透过光谱图,将透光度谱图转化为吸光度谱图,分别作 2860cm^{-1} 及 606cm^{-1} 处吸收峰的基线,测量峰高;两个吸光度峰高比用 R_H 表示,按下式(1)计算:

$$[0074] \quad R_H = \frac{h_1}{h_2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

[0075] 式中:

[0076] h_1 — 2860cm^{-1} 处峰高的数值,单位为厘米(cm);

[0077] h_2 — 606cm^{-1} 处峰高的数值,单位为厘米(cm)。

[0078] 乙烯摩尔分数

[0079] 乙烯摩尔分数用 M_e 表示,数值以%表示,按下式(2)计算:

$$[0080] \quad M_e = \frac{\ln R_H + 1.7327}{0.0497} \quad \dots\dots\dots (2)$$

[0081] 式中:

[0082] R_H —两个吸光度峰高之比的数值;

[0083] 1.7327—工作曲线的截距;

[0084] 0.0497—工作曲线斜率。

[0085] 取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.5%。

[0086] 以下贮存稳定性的检测方法为:乳液在常温下于室内静置180天,180天后观察有无分层现象;

[0087] 以下稀释稳定性和乙烯含量按照《GB/T27573-2011乙酸乙烯酯-乙烯共聚乳液》中相应指标的检测方法进行;

[0088] 以下机械稳定性的检测方法为:乳液用120目滤网过滤,然后乳液用高速分散机以3000转/分的转速分散30min,再用120目滤网过滤,若乳液破乳或滤渣较多,则乳液的机械稳定性不通过;

[0089] 以下初粘性的检测方法为:将乳液均匀涂布在BOPP薄膜(双向拉伸聚丙烯)电晕处理层表面后,与同时具有红、蓝、黑和白4种颜色油墨的印刷铜版纸进行常温贴合,一定时间后进行180°剥离,能将纸张破坏的最短时间作为胶粘剂的初粘性指标;

[0090] 以下剥离强度的检测方法为:将所得的乳液均匀涂在BOPP膜上,薄膜宽25mm,覆在彩色印刷品上,室温25℃放置24h,在电子拉力机上按照《GB/T 2791—1995胶粘剂T剥离强度试验方法挠性材料对挠性材料》测试T型剥离强度;

[0091] 以下分子量采用JASC01500型高效液相色谱仪进行检测。

[0092] 实施例1

[0093] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,具体采用以下原料按照以下步骤制备而得:

[0094] A. 原料准备

[0095] 配制引发体系溶液:在氧化剂槽中加入3份去离子水和0.1份过氧化氢,搅拌使溶解,即得氧化剂溶液;向还原剂槽中加入3份去离子水和0.15份异抗坏血酸钠,搅拌使溶解,即得还原剂溶液;

[0096] 保护胶体溶液的制备:在搅拌的状态下,在溶解槽中依次加入20份去离子水、0.8份聚合度为300、醇解度为85mol%、羧基含量为0.5mol%的羧基改性聚乙烯醇、1.6份聚合度为800,醇解度为80mol%,乙烯基含量为2mol%的乙烯基改性聚乙烯醇、1.6份聚乙烯醇0488(聚合度为400,醇解度为88mol%)搅拌均匀,随后升温至88℃,并在该温度下保温80min,之后降温至55℃备用;

[0097] B. 投料生产

[0098] 向反应釜内加入60%的保护胶体溶液、0.3份乳化剂EH-9和16份去离子水,搅拌均匀后加入12份醋酸乙烯,升温并通入乙烯升压;

[0099] 当温度升到50℃,压力达到2.0MPa时,开始以0.5kg/min速率滴加引发体系溶液,待温度升至80℃,压力升至5.0MPa时,于80min内匀速加入剩余的28份醋酸乙烯,保持引发体系溶液的加料速度不变,控制反应釜温度为82℃;

[0100] 在最后10%醋酸乙烯加料前,升压至5.5MPa,升温至88℃,将引发体系溶液加料速率控制在5kg/min,醋酸乙烯加料速率不变,同时滴加剩余的保护胶体溶液;

[0101] 剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,引发体系溶液滴加速率降低至1kg/min,直至加完;

[0102] 随后降至常温常压,加入0.1份pH调节剂碳酸氢钠,过滤、出料。

[0103] 实施例2

[0104] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,具体采用以下原料按照以下步骤制备而得:

[0105] A. 原料准备

[0106] 配制引发体系溶液:在氧化剂槽中加入4份去离子水和0.2份过硫酸钾,搅拌使溶解,即得氧化剂溶液;向还原剂槽中加入4份去离子水和0.2份异抗坏血酸钠,搅拌使溶解,即得还原剂溶液;

[0107] 保护胶体溶液的制备:在搅拌的状态下,在溶解槽中依次加入15份去离子水、0.5份聚合度为500、醇解度为90mol%、羧基含量为2mol%的羧基改性聚乙烯醇、1.5份聚合度为1500,醇解度为80mol%,乙烯基含量为5mol%的乙烯基改性聚乙烯醇、1份聚乙烯醇0588(聚合度为500,醇解度为88mol%)搅拌均匀,随后升温至88℃,并在该温度下保温90min,之

后降温至50℃备用；

[0108] B. 投料生产

[0109] 向反应釜内加入65%的保护胶体溶液、0.4份乳化剂15s-40和22份去离子水，搅拌均匀后加入28份醋酸乙烯，升温并通入乙烯升压；

[0110] 当温度升到50℃，压力达到2.0MPa时，开始以1kg/min速率滴加引发体系溶液，待温度升至75℃，压力升至4.5MPa时，于60min内匀速加入剩余的20份醋酸乙烯，保持引发体系溶液的加料速度不变，控制反应釜温度为80℃；

[0111] 在最后20%醋酸乙烯加料前，升压至6MPa，升温至90℃，将引发体系溶液加料速率控制在10kg/min，醋酸乙烯加料速率不变，同时滴加剩余的保护胶体溶液；

[0112] 剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后，关闭乙烯，引发体系溶液滴加速率降低至2kg/min，直至加完；

[0113] 随后降至常温常压，加入0.2份pH调节剂醋酸钠，过滤、出料。

[0114] 实施例3

[0115] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液，具体采用以下原料按照以下步骤制备而得：

[0116] A. 原料准备

[0117] 配制引发体系溶液：在氧化剂槽中加入3.5份去离子水和0.25份过硫酸铵，搅拌使溶解，即得氧化剂溶液；向还原剂槽中加入3.5份去离子水和0.3份异抗坏血酸钠，搅拌使溶解，即得还原剂溶液；

[0118] 保护胶体溶液的制备：在搅拌的状态下，在溶解槽中依次加入24份去离子水、0.7份聚合度为1500、醇解度为80mol%、羧基含量为9mol%的羧基改性聚乙烯醇、2.1份聚合度为500，醇解度为90mol%，乙烯基含量为4mol%的乙烯基改性聚乙烯醇、1.5份聚乙烯醇0488（聚合度为400，醇解度为88mol%）搅拌均匀，随后升温至85℃，并在该温度下保温85min，之后降温至60℃备用；

[0119] B. 投料生产

[0120] 向反应釜内加入70%的保护胶体溶液、0.15份乳化剂EH-9和14份去离子水，搅拌均匀后加入14份醋酸乙烯，升温并通入乙烯升压；

[0121] 当温度升到56℃，压力达到3.0MPa时，开始以1.5kg/min速率滴加引发体系溶液，待温度升至77℃，压力升至4.5MPa时，于75min内匀速加入剩余的21份醋酸乙烯，保持引发体系溶液的加料速度不变，控制反应釜温度为82℃；

[0122] 在最后25%醋酸乙烯加料前，升压至6.5MPa，升温至88℃，将引发体系溶液加料速率控制在15kg/min，醋酸乙烯加料速率不变，同时滴加剩余的保护胶体溶液；

[0123] 剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后，关闭乙烯，引发体系溶液滴加速率降低至3kg/min，直至加完；

[0124] 随后降至常温常压，加入0.15份pH调节剂碳酸氢钠，过滤、出料。

[0125] 对比例1

[0126] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液，具体采用以下原料按照以下步骤制备而得：

[0127] A. 原料准备

[0128] 配制引发体系溶液：在氧化剂槽中加入3.5份去离子水和0.25份过硫酸铵，搅拌使溶解，即得氧化剂溶液；向还原剂槽中加入3.5份去离子水和0.3份异抗坏血酸钠，搅拌使溶

解,即得还原剂溶液;

[0129] 保护胶体溶液的制备:在搅拌的状态下,在溶解槽中依次加入24份去离子水、0.7份聚合度为1500、醇解度为80mol%、羧基含量为9mol%的羧基改性聚乙烯醇、2.1份聚合度为500,醇解度为90mol%,乙烯基含量为4mol%的乙烯基改性聚乙烯醇、1.5份聚乙烯醇0488(聚合度为400,醇解度为88mol%)搅拌均匀,随后升温至85℃,并在该温度下保温85min,之后降温至60℃备用;

[0130] B. 投料生产

[0131] 向反应釜内加入保护胶体溶液、0.15份乳化剂EH-9和14份去离子水,搅拌均匀后加入14份醋酸乙烯,升温并通入乙烯升压;

[0132] 当温度升到56℃,压力达到3.0MPa时,开始以1.5kg/min速率滴加引发体系溶液,待温度升至77℃,压力升至4.5MPa时,于75min内匀速加入剩余的21份醋酸乙烯,保持引发体系溶液的加料速度不变,控制反应釜温度为82℃;

[0133] 在最后25%醋酸乙烯加料前,升压至6.5MPa,升温至88℃,将引发体系溶液加料速率控制在15kg/min,醋酸乙烯加料速率不变.

[0134] 醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,引发体系溶液滴加速率降低至3kg/min,直至加完;

[0135] 随后降至常温常压,加入0.15份pH调节剂碳酸氢钠,过滤、出料。

[0136] 对比例2

[0137] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,具体采用以下原料按照以下步骤制备而得:

[0138] A. 原料准备

[0139] 配制引发体系溶液:在氧化剂槽中加入4份去离子水和0.2份过硫酸钾,搅拌使溶解,即得氧化剂溶液;向还原剂槽中加入4份去离子水和0.2份异抗坏血酸钠,搅拌使溶解,即得还原剂溶液;

[0140] 保护胶体溶液的制备:在搅拌的状态下,在溶解槽中依次加入15份去离子水、0.5份聚合度为500、醇解度为90mol%、羧基含量为2mol%的羧基改性聚乙烯醇、1.5份聚合度为1500,醇解度为80mol%,乙烯基含量为5mol%的乙烯基改性聚乙烯醇、1份聚乙烯醇0588(聚合度为500,醇解度为88mol%)搅拌均匀,随后升温至88℃,并在该温度下保温90min,之后降温至50℃备用;

[0141] B. 投料生产

[0142] 向反应釜内加入65%的保护胶体溶液、0.4份乳化剂15s-40和22份去离子水,搅拌均匀后加入28份醋酸乙烯,升温并通入乙烯升压;

[0143] 当温度升到50℃,压力达到2.0MPa时,开始以5kg/min速率滴加引发体系溶液,待温度升至75℃,压力升至4.5MPa时,于60min内匀速加入剩余的20份醋酸乙烯,保持引发体系溶液的加料速度不变,控制反应釜温度为80℃;

[0144] 在最后20%醋酸乙烯加料前,升压至6.5MPa,升温至88℃,滴加剩余的保护胶体溶液;

[0145] 剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,引发体系溶液滴加速率不变,直至加完;

[0146] 随后降至常温常压,加入0.2份pH调节剂醋酸钠,过滤、出料。

[0147] 对比例3

[0148] 醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液,具体采用以下原料按照以下步骤制备而得:

[0149] A. 原料准备

[0150] 配制引发体系溶液:在氧化剂槽中加入3.5份去离子水和0.25份过硫酸铵,搅拌使溶解,即得氧化剂溶液;向还原剂槽中加入3.5份去离子水和0.3份异抗坏血酸钠,搅拌使溶解,即得还原剂溶液;

[0151] 保护胶体溶液的制备:在搅拌的状态下,在溶解槽中依次加入24份去离子水、0.7份聚合度为1500、醇解度为80mol%、羧基含量为9mol%的羧基改性聚乙烯醇、1.1份聚合度为500,醇解度为90mol%,乙烯基含量为4mol%的乙烯基改性聚乙烯醇、2.5份聚乙烯醇0488(聚合度为400,醇解度为88mol%)搅拌均匀,随后升温至85℃,并在该温度下保温85min,之后降温至60℃备用;

[0152] B. 投料生产

[0153] 向反应釜内加入70%的保护胶体溶液、0.15份乳化剂EH-9和14份去离子水,搅拌均匀后加入14份醋酸乙烯,升温并通入乙烯升压;

[0154] 当温度升到56℃,压力达到3.0MPa时,开始以7kg/min速率滴加引发体系溶液,待温度升至77℃,压力升至4.5MPa时,于75min内匀速加入剩余的21份醋酸乙烯,保持引发体系溶液的加料速度不变,控制反应釜温度为82℃;

[0155] 在最后25%醋酸乙烯加料前,滴加剩余的保护胶体溶液;

[0156] 剩余的保护胶体溶液和醋酸乙烯均加完后,关闭乙烯,引发体系溶液滴加速率不变,直至加完;

[0157] 随后降至常温常压,加入0.15份pH调节剂碳酸氢钠,过滤、出料。

[0158] 性能检测

[0159] 对实施例1-3及对比例1-3制得的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液进行稀释稳定性、机械稳定性、初粘性、分子量、乙烯含量和剥离强度等方面性能检测,结果如表1所示。

[0160] 表1性能检测结果

性能指标	实施例 1	实施例 2	实施例 3	对比例 1	对比例 2	对比例 3
稀释稳定性%	1.9	1.5	1.6	2.5	2.8	2.9
贮存稳定性	未出现分层	未出现分层	未出现分层	少量分层	少量分层	少量分层
机械稳定性	通过	通过	通过	少量滤渣	少量滤渣	少量滤渣
初粘性/s	20	18	25	40	62	58
分子量	382541	403528	372514	171254	145689	163859
乙烯含量/%	20.5	21.1	19.7	18.1	17.9	15.8
剥离强度/(N/25mm)	15.52	16.31	15.45	13.25	12.32	10.59

[0161] 由表1可知,与对比例1-3相比,实施例1-3的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液的剥离强度得到了显著提高;稀释稳定性指标得到了显著降低。由此证明,本发明的醋酸乙烯酯-乙烯共聚乳液稳定性好,对纸塑复合的粘结强度高。

[0163] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员

可以理解的其他实施方式。