



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

216428

(11)

(B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

(22) Prihlášené 14 11 80

(21) (PV 7725-80)

(40) Zverejnené 31 12 81

(45) Vydané 01 06 85

(51) Int. Cl.³
C 08 G 69/24

(75)

Autor vynálezu

BERNÁTOVÁ MÁRIA ing., POPRAD, ŠANDA KAREL ing.,
STARIGAŽDA JÁN ing., SVIT

(54) Polymerizačná zmes pre prípravu polyamidu-4

Účelom vynálezu je polymerizačná zmes pre prípravu polyamidu 4 s regulovanou molekulovou hmotnosťou z 2-pyrolidónu za prítomnosti iniciačného systému vhodného najmä pre výrobu vlákien. Polymerizačná zmes obsahuje 97,50 až 74,25 % mol 2-pyrolidónu, 2 až 20 % mol alkalickéj soli pyrolidónu, 0,5 až 5 % mol. kyslíčnika uhličitého, 0,005 až 0,05 % molacetylpyrolidónu a 0,01 až 0,7 % mol amidu a) alebo diamidu alifatickej karboxylovej a) alebo dikarboxylovej kyseliny.

Vynález sa týka polymerizačnej zmesi pre prípravu polyamidu - 4 s regulovanou molekulovou hmotnosťou z 2-pyrolidónu v prítomnosti iniciálneho systému vhodného hlavne pre výrobu vlákien.

Príprava polymerizačnej zmesi pre prípravu polyamidu-4 s regulovanou molekulovou hmotnosťou z 2-pyrolidónu obsahujúceho iniciátor, t. j. alkalickú soľ 2-pyrolidónu a aktivátor, resp. kombináciu aktivátorov je známa a je predmetom mnohých patentov.

Patentom US 3 683 046 je chránená kombinácia kyslíčnika uhličitého s aktivátormi N-acyllaktámového typu, pridávanými do systému v množstve 6 až 7 mmól na 1 mól 2-pyrolidónu za prídavku jemne zrnitého materiálu. Je však nevyhnutné nájsť kompromis v ich koncentráciách, aby nebola negatívne ovplyvnená termická stabilita polyméru.

K polymerizácii boli tiež úspešne použité a patentované štruktúrne analógy kyslíčnika uhličitého, t. j. SO_2 podľa patentu USA 3 681 294 a CS_2 podľa patentu USA 2 912 415.

Problémom je však príprava polymerizačnej zmesi o takom zložení, ktoré by vopred garantovalo vlastnosti získaného polyméru.

Z hľadiska spracovateľnosti polyamidu-4, hlavne na vlákna, je dôležitá molekulová hmotnosť pripraveného polyméru. Ide hlavne o problémy prejavujúce sa pri zvlákňovaní polyamidu-4, kde vysoká molekulová hmotnosť polyméru z hľadiska prebiehajúcich procesov degradácie spôsobuje ťažkosti.

Tieto problémy odstraňuje nami použitý iniciálny systém, ktorý umožňuje pripraviť polyamid-4 s regulovanou molekulovou hmotnosťou.

Predmetom vynálezu je polymerizačná zmes pre prípravu polyamidu-4 z 2-pyrolidónu. Zmes obsahuje alkalickú soľ pyrolidónu v množstve 2 až 20 % mol, kyslíčnik uhčitý v množstve 0,5 až 5 % mol, acetylpyrolidón v množstve 0,005 až 0,05 % mol, 97,50 až 74,25 % mol 2-pyrolidónu a amid alifatickej karboxylovej kyseliny a) alebo diamid karboxylovej kyseliny v množstve 0,01 až 0,7 % mol.

Amid karboxylovej kyseliny je možné do systému pridávať ako pred zavádzaním plynného kyslíčnika uhličitého resp. pred prídavkom aduktu kyslíčnika uhličitého s alkalickou soľou 2-pyrolidónu, tak i po ňom.

Amid karboxylovej kyseliny pôsobí v systéme ako účinný regulátor molekulovej hmotnosti vznikajúceho polyméru.

Prídavok 0,01 až 0,7 % mol amidu, vzťahujúci sa na 2-pyrolidón, umožňuje plynule regulovať molekulovú hmotnosť polypyrolidónu bez toho, aby dochádzalo k významnejšiemu poklesu konverzie polyméru, v medziach vhodných pre spracovanie polyméru, hlavne na vlákna.

Príklad 1

Do polymerizačnej zmesi obsahujúcej 2-pyrolidón, 5,8 % mol draselnej soli 2-pyrolidónu,

1,45 % mol aduktu kyslíčnika uhličitého s draselnou soľou 2-pyrolidónu a 0,01 % mol acetylpyrolidónu bol pridaný amid karboxylovej kyseliny, ako je uvedený v tabuľke 1. Zmes bola polymerizovaná pri teplote 50 °C 24 hodín. Vlastnosti získaných polymerizátov sú uvedené v tabuľke 1.

Tabuľka 1

Typ amidu	Konc. amidu % mol	ml/g	Konverzia %
acetamid	—	626,7	56,4
„	0,049	502,9	55,1
„	0,696	235,2	48,7
adipamid	0,010	606,2	55,2
„	0,501	299,0	46,0

Príklad 2

Do polymerizačnej zmesi obsahujúcej 2-pyrolidón, 5,8 % mol draselnej soli 2-pyrolidónu, 1,45 % mol aduktu kyslíčnika uhličitého s draselnou soľou 2-pyrolidónu a 0,05 % mol acetylpyrolidónu bol pridaný amid karboxylovej kyseliny, ako je uvedený v tabuľke 2. Zmes bola polymerizovaná pri teplote 50 °C 45 hodín. Vlastnosti získaných polymerizátov sú uvedené v tabuľke 2.

Tabuľka 2

Typ amidu	Konc. amidu % mol	ml/g	Konverzia %
acetamid	0,011	466,7	62,6
„	0,386	274,3	59,2
„	0,511	214,0	59,0
adipamid	0,012	443,8	58,0
„	0,500	230,9	44,0

Príklad 3

K polymerizačnej zmesi obsahujúcej 2-pyrolidón, 4,0 % mol sodnej soli 2-pyrolidónu, 1,0 % mol aduktu kyslíčnika uhličitého so sodnou soľou 2-pyrolidónu a 0,02 % mol acetylpyrolidónu bol pridaný acetamid ako je uvedený v tabuľke 3. Zmes bola polymerizovaná ako v prípade 1. Vlastnosti získaných polymerizátov sú uvedené v tabuľke 3.

Tabuľka 3

Konc. acetamidu % mol	ml/g	Konverzia %
0,050	490,6	51,1
0,510	230,0	44,2

Príklad 4

K polymerizačnej zmesi obsahujúcej 2-pyrolidón, 6,8 % mol draselnej soli 2-pyrolidónu, 1,7 % mol aduktu kyslíčnika uhličitého s draselnou soľou 2-pyrolidónu a 0,01 % mol acetylpyrolidónu bola pridaná zmes amidov karboxylových kyselín. Polymerizačná zmes bola polymerizovaná za podmienok uvedených v príklade 1. Množstvo pridaných amidov a vlastnosti pripravených polymérov vid' v tabuľke 4.

Tabuľka 4

Typ amidu (a ₁)	Konc. (a ₁) % mol	Typ amidu (a ₂)	Konc. (a ₂) % mol	ml/g	Konverzia %
acetamid	0,201	adipamid	0,413	320,6	52,3
acetamid	0,201	valeramid	0,230	287,3	51,1
adipamid	0,102	butyramid	0,514	241,6	49,2

PREDMET VYNÁLEZU

Polymerizačná zmes pre prípravu polyamidu-4 s regulovanou molekulovou hmotnosťou z 2-pyrolidónu vhodného hlavne pre výrobu vlákien vyznačujúca sa tým, že obsahuje 97,50 až 74,25 % mol 2-pyrolidónu, 2 až 20 % mol alkalickéj soli pyroli-

dónu, 0,5 až 5 % mol kyslíčnika uhličitého, 0,005 až 0,05 % mol acetylpyrolidónu a 0,01 až 0,7 % mol amidu a) alebo diamidu alifatickej karboxylovej a) alebo dikarboxylovej kyseliny.