

955/03

Közzététel

A₂

11000075081/BE

KIVONAT

Poliamidok

A találmány tárgya eljárás új poliamidok előállítására és ilyen poliamidok alkalmazása szálak, lapok és sajtolt termékek előállítására, és a találmány tárgyat képezik az eljárással előállított szálak, lapok és sajtolt termékek is.

fell. ábrák

2

62 oldal

Poliamidok

A találmány tárgya eljárás laktámok, ω -amino-karbonsavak, ω -amino-karbonsav-nitrilek, ω -amino-karboxamidok, ω -aminokarbonsavsók, ω -amino-karbonsav-észterek, diaminek és dikarbonsavak, dikarbonsav/diaminsók, dinitrilek és diaminek ekvimoláris elegyeinek csoportjából választott (I) monomerekből vagy ilyen monomerek elegyeiből nyerhető (VIII) poliamidok előállítására, amelyben az (I) monomerek polimerizálását

0,01-0,5 tömeg% sztérikusán gátolt (II) piperidinszármazék, amelynek a (VIII) poliamidnak megfelelő amid létrehozására képes funkcionális csoportja van,

0,01-0,5 tömeg% olyan (III) vegyület, amelynek a (VIII) poliamidnak megfelelő amid létrehozására képes különböző amincsoportjai vannak, és

adott esetben

egy (IV) vegyület, amelynek a (VIII) poliamid polimer-főláncháoz kapcsolódó amid létrehozására képes amincsoportja van,

egy (V) vegyület, amelynek a (VIII) poliamid polimer-főláncá-hoz kapcsolódó amid létrehozására képes karbonsavcsoportja van, és

egy, az (I) monomertől eltérő (VI) vegyület, amelynek a (VIII) poliamid polimer-főláncháoz kapcsolódó amid létrehozására képes különböző karbonsavcsoportjai vannak,

vagy ezek keverékei jelenlétében végezzük úgy,

hogy az (I), (II), (III), (IV), (V) és (VI) mennyiségei legfeljebb 100%-ot adjanak ki, és a (II), (III), (IV), (V) és (VI) komponensek amid-kötésen át a polimerlánchoz kötődjenek, és a

polimer láncához kapcsolódó amid létrehozására képes (II), (III) és (IV) komponensek amincsoportjainak összege nagyobb vagy egyenlő legyen a polimer láncához kapcsolódó amid létrehozására képes (II), (V) és (VI) komponensek karbonsavcsoportjainak összegével.

A találmány tárgyát képezik továbbá az eljárással előállítható poliamidok, az ilyen poliamidok alkalmazása szálak, textil-szövetek és sajtolt termékek előállítására, valamint az ilyen poliamidokból előállítható szálak, textil-szövetek és sajtolt termékek.

Általánosan ismert a poliamidok alkalmazása szálak és fonalak előállításához, például az Ullmann's Encyklopedia of Industrial Chemistry, 5th ed., vol. A10, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, Germany, 1987, 567-579. old. szakirodalmi hely ismertetéséből.

A fonalakat ismert módon állítjuk elő magának a poliamidnak a megolvasztásával, szállá történő fonásával és nyújtásával, a szál texturálásával és adott esetben utókezelésével. Ezt a fonal sodrása és hőkezelése követheti.

A kezelő eljárások önmagukban ismertek, például a hőkezelő eljárás a Hörauf-Suessen-től (Germany).

A beállítás lényeges lépése egy klimatizáló kamrán keresztül, meghatározott körülmények között – mint például a fonal tartózkodási ideje a klimatikus kamrában lévő atmoszféra hőmérséklete és relatív nedvességtartalma – történő fonalátfutás.

A hátrány itt az, hogy a minőség, például az EN 1557 számú európai szabványnak (az ASTM D1003 US szabványnak megfelelő)

megfelelő APHA (Hazen) index és az ismert poliamidokból származó fonalak relatív viszkozitása, jelentősen leromlik ez alatt a kezelés alatt. A relatív viszkozításban bekövetkező csökkenés és a növekedés az APHA indexben azt jelzi, hogy a polimer degradálódott, azaz leromlik.

Tárgya a találmánynak olyan poliamidok biztosítása, amelyeket alkalmazni lehet szálak, lapok vagy sajtolt termékek, különösen fonalak előállítására, amelyek nem mutatják az említett hátrányokat, valamint tárgyat képezik az olyan eljárások, amelyek lehetővé teszik az ilyen poliamidok technikailag egyszerű és gazdaságos módon történő előállítását.

Úgy találtuk, hogy ezt a célt a kezdetben meghatározott eljárással, ilyen eljárással kapható poliamiddal, a kezdetben meghatározott poliamidokkal, az ilyen poliamidoknak szálak, textil-szövetek és sajtolt termékek előállításához való alkalmazásával, és az ilyen poliamidokból kapható szálakkal, textil-szövetekkel és sajtolt termékekkel érjük el.

A poliamidokon, értelemszerűen, homopolimereket, kopolimereket, szintetikus hosszúláncú poliamidok keverékeit és graftjait értünk, amelyekben a lényeges alkotóelem a polimer-főláncban lévő ismétlődő amidcsoport. Az ilyen poliamidokra példa a nylon 6 (polikaprolaktám), a nylon 6,6 [poli(hexametilén-adipamid)], a nylon 4,6 [poli(tetrametilén-adipamid)], a nylon 6,10 [poli(hexametilén-szebacamid)], nylon 6,12 [poli(hexametilén-dekán-1,10-dikarboxamid)], nylon 7 (polienantolaktám), nylon 11 (poliundekanolaktám) és nylon 12 (polidodekanolaktám). Ezek a poliamidok nylon általános néven ismertek. Szintén közismertek

az úgynevezett aramid jelentésű poliamidok, mint például a poli(metafenilén-izoftálamid) (NOMEX® szál, US-A-3287324) vagy a poli(parafenilén-tereftálamid) (KEVLAR® szál, US-A-3671542).

Elvileg, a poliamidokat két eljárással lehet előállítani.

Dikarbonsavak és diaminok polimerizálásában, és aminosavak vagy azok származékainak, mint például amino-karbonsavnitrilek, amino-karboxamidok, amino-karbonsavészterek vagy amino-karbonsavak polimerizálásában a kiindulási monomerek vagy kiindulási oligomerek amino- és karboxi-végcsoportjai reagálnak egymással, hogy amidcsoport és víz képződése közben. A víz ezután eltávolítható a polimertömegből. A karboxamidok polimerizálásában a kiindulási monomerek vagy kiindulási oligomerek amino- és amid-végcsoportjai reagálnak egymással amidcsoport és ammónia képződése közben. A ammónia ezután eltávolítható a polimertömegből. Ezt a polimerizálási reakciót hagyományosan polikondenzációnak nevezik.

A laktámok, mint kiindulási monomerek vagy kiindulási oligomerek polimerizálását hagyományosan poliaddíciónak nevezik.

A találmánynak megfelelően az (I) monomer a laktámok, ω -amino-karbonsavak, ω -amino-karbonsav-nitrilek, ω -amino-karboxamidok, ω -amino-karbonsavak, ω -amino-karbonsav-észterek, diaminok és dikarbonsavak, dikarbonsav/diaminsók, dinitrilek és diaminok vagy ilyen monomerek elegyeinek ekvimoláris keverékei közül kerülhet ki.

Az alkalmas (I) monomerek

C_2 - C_{20} , előnyösen C_2 - C_{18} , aril-alifás vagy előnyösen alifás laktám, mint például enantolaktám, undekanolaktám, dodekano-

laktám vagy kaprolaktám monomerei vagy oligomerei,

C_2-C_{20} , előnyösen C_3-C_{18} , amino-karbonsavak, mint például a 6-amino-hexánsav vagy 11-amino-undekánsav monomerei vagy oligomerei, ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei, és ezek sói, mint például alkálifémsói, például lítium-, nátrium- vagy káliumsói,

C_2-C_{20} , előnyösen C_3-C_{18} amino-karbonsavnitrilek, mint például a 6-amino-hexánsavnitril vagy 11-amino-undekánsavnitril,

C_2-C_{20} aminosavamidok, mint például 6-amino-hexánamid vagy 11-undekánamid, és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

észterek, előnyösen C_2-C_{20} , előnyösebben C_3-C_{18} amino-karbonsavak, például a 6-amino-karbonsav vagy például 11-amino-undekánsav C_1-C_4 alkil-észterei, így metil-, etil-, propil-, izopropil-, butil-, izobutil-, vagy szek-butil-észterei, például metil-(6-amino-hexanoát) vagy metil-(11-amino-undekanoát),

egy C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{12} alkil-diamin, mint például a tetrametilén-diamin vagy, előnyösen, hexametilén-diamin monomerei vagy oligomerei,

egy C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{14} alifás dikarbonsavval vagy ezek mono- vagy dinitriljeivel, mint például szebacinsavval, dekándi-karbonsavval, adipinsavval, szebacinsavnitrillel, dekánsavnitrillel vagy adiponitrillel,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{12} alkil-diamin, mint például a tetrametilén-diamin vagy, előnyösen, hexametilén-diamin monome-

rei vagy oligomerei,

egy C_8-C_{20} , előnyösen C_8-C_{12} aromás dikarbonsavval vagy ezek származékaival, például kloridjaival, mint például naftalin-2,6-dikarbonsavval vagy, előnyösen, izoftálsavval vagy tereftálsavval,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{12} alkil-diamin, mint például tetrametilén-diamin vagy, előnyösen, hexametilén-diamin monomerei vagy oligomerei

egy C_9-C_{20} , előnyösen C_9-C_{18} aril-alifás dikarbonsavval vagy ezek származékaival, például kloridjaival, mint például o-, m- vagy p-fenilén-diecetsavval,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_6-C_{20} , előnyösen C_6-C_{10} aromás diamin, mint például m- vagy p-fenilén-diamin monomerei vagy oligomerei

egy C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{14} alifás dikarbonsavval vagy ezek mono- vagy dinitriljeivel, mint például szebacinsavval, dekándikarbonsavval, adipinsavval, szebacinsavnitrillel, dekánsavnitrillel vagy adiponitrillel,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_6-C_{20} , előnyösen C_6-C_{10} aromás diamin, mint például m- vagy p-fenilén-diamin monomerei vagy oligomerei

egy C_8-C_{20} , előnyösen C_8-C_{12} aromás dikarbonsavval vagy ezek származékaival, például kloridjaival, mint például naftalin-

-2,6-dikarbonsavval vagy, előnyösen, izoftálsavval vagy tereftálsavval,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_6-C_{20} , előnyösen C_6-C_{10} aromás diamin, mint például m- vagy p-fenilén-diamin monomerei vagy oligomerei

egy C_9-C_{20} , előnyösen C_9-C_{18} aril-alifás dikarbonsavval vagy ezek származékaival, például kloridjaival, mint például o-, m- vagy p-fenilén-diecetsavval,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_7-C_{20} , előnyösen C_8-C_{18} aril-alifás diamin, mint például m- vagy p-xililén-diamin,

egy C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{14} alifás dikarbonsavval vagy ezek mono- vagy dinitriljeivel, mint például szebacinsavval, dekándikarbonsavval, adipinsavval, szebacinsavnitrillel, dekánsavnitrillel vagy adiponitrillel,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_7-C_{20} , előnyösen C_8-C_{18} aril-alifás diamin, mint például m- vagy p-xililén-diamin,

egy C_6-C_{20} , előnyösen C_6-C_{10} aromás dikarbonsavval vagy ezek származékaival, például kloridjaival, mint például naftalin-2,6-dikarbonsavval vagy, előnyösen, izoftálsavval vagy tereftálsavval,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

egy C_7-C_{20} , előnyösen C_8-C_{18} aril-alifás diamin, mint például m- vagy p-xililén-diamin,

egy C_9-C_{20} , előnyösen C_9-C_{18} aril-alifás dikarbonsavval vagy ezek származékaival, például kloridjaival, mint például o-, m- vagy p-fenilén-diecetsavval,

és ezek dimerei, trimerei, tetramerei, pentamerei vagy hexamerei,

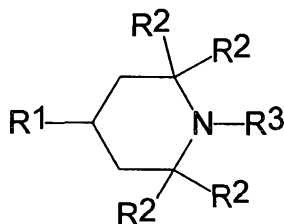
és az ilyen kiindulási monomerek vagy kiindulási oligomerek homopolimerei, kopolimerei, keverékei és graftjai.

Előnyös kiindulási monomerek és kiindulási oligomerek azok, amelyek polimerizálással a nylon 6, nylon 6,6, nylon 4,6, nylon 6,10, nylon 7, nylon 11, nylon 12 poliamidokat, valamint a poli(metafenilén-izoftálamid) vagy poli(parafenilén-tereftálamid) aramidokat adja, különösen nylon 6-ot és nylon 6,6-ot.

Hacsak másként nem jelöljük, a (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyületekhez megadott tömegarányok az alkalmazott (I) monomer mennyiségére vonatkoznak.

A találmánynak megfelelően az (I) monomer polimerizálását egy sztérikusan gátolt, a (VIII) poliamid polimer főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes csoporttal bíró (II) piperidinszármazék vagy ilyenek keverékeinek jelenlétében hajtjuk végre.

Alkalmas (II) vegyületek a



általános képletű vegyületek, amelyekben

- R^1 jelentése a (VIII) poliamid polimer főláncához kapcsolódó amid létrehozására képes funkcionális csoport, előnyösen egy $-(NH)R^5$ csoport, amelyben R^5 jelentése hidrogénatom vagy C_1-C_8 alkil- vagy karboxics csoport, vagy karbonsavszármazék, vagy egy $-(CH_2)_x(NH)R^5$ csoport, amelyben x értéke 1-6 és R^5 jelentése hidrogénatom vagy C_1-C_8 alkilcsoport vagy $-(CH_2)_yCOOH$ csoport, amelyben y értéke 1-6, vagy egy olyan $-(CH_2)_yCOOH$ savszármazék, amelyben y értéke 1-6, különösen $-NH_2$ csoport,
- R^2 jelentése alkilcsoport, előnyösen C_1-C_4 alkilcsoport, mint például metil-, etil-, propil-, izopropil-, butil-, izobutil-, szek-butyl-, szek-butylcsoport, [így] különösen metilcsoport, és
- R^3 jelentése C_1-C_4 alkil-, vagy $O-R^4$ csoport, amelyben R^4 jelentése hidrogénatom vagy C_1-C_7 alkilcsoport, R^3 jelentése különösen hidrogénatom.

Ilyen vegyületekben, a sztérikus gátlás általában megvédi a piperidin gyűrűrendszer tercier aminocsoportjait, és különösen a szekunder aminocsoportjait a reakciótól.

Egy különösen előnyös (II) általános képletű vegyület a 4-amino-2,2,6,6-tetrametil-piperidin.

A találmánynak megfelelően, a (II) általános képletű vegyületet legalább 0,01 tömeg%, előnyösen legalább 0,05 tömeg% és különösen előnyösen legalább 0,1 tömeg% mennyiségben alkalmazzuk.

A találmány szerint a (II) általános képletű vegyületet legfeljebb 0,5 tömeg%, előnyösen legfeljebb 0,3 tömeg% és különösen

előnyösen legfeljebb 0,2 tömeg% mennyiségben alkalmazzuk.

A találmánynak megfelelően az (I) monomer polimerizálását egy (III) vegyület jelenlétében hajtjuk végre, amely vegyületnek több, például két, három vagy négy, előnyösen két, a (VIII) általános képletű poliamid polimer főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes aminocsoportja van, vagy ezek keverékeinek jelenlétében.

Alkalmas (III) vegyületek előnyösen a C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{12} alkil-diaminok, mint például a tetrametilén-diamin vagy előnyösen a hexametilén-diamin, a C_6-C_{20} , előnyösen C_6-C_{10} aromás diaminok, mint például az m-, vagy p-fenilén-diamin, vagy C_7-C_{20} , előnyösen C_8-C_{18} , aril-alifás diamin, mint például m- vagy p-xililén-diamin, vagy azok a vegyületek, amelyeket hagyományosan alkalmazunk láncszabályozókként az (I) monomer polimerizálásában. A hexametilén-diamin különösen előnyös.

Az ilyen (III) általános képletű vegyületek hordozhatnak szubsztituenseket, például halogéneket, így fluort, klórt vagy brómot, szulfonsavcsoportokat, vagy ezek sóit, mint például lítium-, nátrium- vagy káliumsóit, vagy lehetnek szubsztituátlanok.

A találmánynak megfelelően a (III) általános képletű vegyületet legalább 0,01 tömeg%, előnyösen legalább 0,05 tömeg% és különösen előnyösen legalább 0,2 tömeg% mennyiségben alkalmazzuk.

A találmánynak megfelelően a (III) általános képletű vegyületet legfeljebb 0,5 tömeg%, előnyösen legfeljebb 0,35 tömeg% és különösen előnyösen legfeljebb 0,25 tömeg% mennyiségben alkalmazzuk.

A találmány szerint az (I) monomer polimerizálását adott esetben olyan (IV) általános képletű vegyület jelenlétében végezzük, amelynek a (VIII) általános képletű poliamid polimer főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes aminocsoportja van, vagy ezek keverékeinek jelenlétében.

Alkalmas (IV) általános képletű vegyületek előnyösen a C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{12} alkil-aminok, mint például a ciklohexil-aminok, a C_6-C_{20} , előnyösen a C_6-C_{10} aromás monoaminok, mint például az anilin, vagy C_7-C_{20} , előnyösen C_8-C_{18} aril-alifás monoaminok, mint például a benzil-amin, vagy azok a vegyületek, amelyeket hagyományosan alkalmazunk mint láncszabályozókat az (I) monomer polimerizálásához.

Ilyen (IV) vegyületek hordozhatnak szubsztituenseket, például halogéneket, így fluort, klórt vagy brómot, szulfonsavcsoportokat, vagy azok sóit, mint például lítium-, nátrium- vagy káliumsóit, vagy lehetnek szubsztituálatlanok.

A (IV) általános képletű vegyületet kedvezően 0-0,5 tömeg%, előnyösen 0-0,35 tömeg% és különösen előnyösen 0-0,25 tömeg% mennyiségben alkalmazzuk.

A találmánynak megfelelően az (I) monomer polimerizálását adott esetben egy olyan (V) általános képletű vegyület jelenlétében hajtjuk végre, amely vegyületnek a (VIII) általános képletű poliamid polimer-főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes karbonsavcsoportjai vannak, vagy ezek keverékeinek jelenlétében.

Alkalmas (V) általános képletű vegyületek alkalmasan C_2-C_{20} , előnyösen C_2-C_{12} karbonsavak, például ecetsav vagy propionsav,

C₇-C₂₁, előnyösen C₇-C₁₁ aromás karbonsavak, például benzoesav, vagy C₈-C₂₁, előnyösen C₉-C₁₉ aril-alifás karbonsavak, vagy azok a vegyületek, amelyeket hagyományosan alkalmazunk, például láncszabályozókként az (I) monomer polimerizálásában.

Ilyen (V) általános képletű vegyületek hordozhatnak szubsztituenseket, például halogéneket, így fluort, klórt vagy brómot, szulfonsavcsoportokat, vagy azok sóit, így lítium-, nátrium- vagy káliumsóit, vagy azok lehetnek szubsztituálatlanok.

Az (V) általános képletű vegyületet kedvezően használjuk 0-0,5 tömeg%, előnyösen 0-0,35 tömeg% és különösen előnyösen 0-0,25 tömeg% mennyiségben.

A találmánynak megfelelően az (I) általános képletű monomer polimerizálását adott esetben a (VI) általános képletű vegyület jelenlétében végezhetjük, amely vegyületnek több, például két, három vagy négy, előnyösen két, a (VIII) általános képletű poli-amid főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes karbonsavcsoportjai vannak vagy ezek keverékeinek jelenlétében.

Alkalmas (VI) vegyületek kedvezően C₂-C₂₀, előnyösen C₂-C₁₂ dikarbonsavak, például szebacinsav, dodekánsav, ciklohexán-1,4-dikarbonsav vagy előnyösen adipinsav, C₈-C₂₂, előnyösen C₈-C₁₂ aromás dikarbonsavak, például benzol- és naftalin-dikarbonsavak, előnyösen naftalin-2,6-dikarbonsav, izoftálsav vagy tereftálsav, vagy C₉-C₂₂, előnyösen C₉-C₂₀ aril-alifás dikarbonsavak, vagy azok a vegyületek, amelyeket hagyományosan alkalmazunk láncszabályozókként az (I) általános képletű monomer polimerizálásában. A tereftálsav és az izoftálsav különösen előnyösek.

Az ilyen (VI) általános képletű vegyületek hordozhatnak szubsztituenseket, például halogéneket, így fluort, klórt vagy brómot, szulfonsavcsoportokat, vagy azok sóit, így például lítium-, nátrium- vagy káliumsóit, vagy lehetnek szubsztituálatlanok.

Az előnyös (VI) általános képletű vegyületek a szulfonált dikarbonsavak, különösen a szulfoizoftálsav, és annak egy sója, mint például az alkálifémsója, például a lítium-, nátrium vagy káliumsója, előnyösen a lítium- vagy nátriumsója és különösen előnyösen a lítiumsó.

A (VI) általános képletű vegyületet kedvezően használjuk 0-0,5 tömeg%, előnyösen 0-0,35 tömeg% és különösen előnyösen 0-0,25 tömeg% mennyiségben.

Különösen előnyösen a (VI) általános képletű vegyületet használhatjuk olyan mennyiségben, hogy a (VIII) poliamid polimer főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes (VI) általános képletű vegyület karbonsavcsoportjainak moláris mennyisége kevesebb, mint a (VIII) poliamid polimer főláncával kapcsolatban lévő amid létrehozására képes (III) általános képletű vegyület amincsoportjainak moláris mennyisége.

A találmánynak megfelelően az (I), (II), (III), (IV), (V) és (VI) mennyiségei legfeljebb 100%-ot adnak.

A találmánynak megfelelően a polimerlánchoz kapcsolódó amid létrehozására képes (II), (III) és (IV) komponensek amincsoportjainak összege nagyobb vagy egyenlő, előnyösen nagyobb, mint a polimerlánchoz kapcsolódó amid létrehozására képes (II), (V) és (VI) komponensek karbonsavcsoportjainak az összege.

A (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyüle-

teket hozzáadhatjuk az (I) kiindulási monomerekhez vagy a polimerizációs reakciókeverékhez és az amidképző csoportok legalább egyikének reakciójával a poliamid polimer főláncához tudjuk kötni.

A jelen találmány szerinti eljárás az elején említett előnyös tulajdonságú poliamidokat termeli.

A kiindulási (I) monomerek polimerizálását vagy polikondenzálását a (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyületek jelenlétében, hagyományos eljárásokkal végezhetjük el. Ennek megfelelően a kaprolaktám, mint (I) monomer, polimerizálását a (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyületek jelenlétében elvégezhetjük, például olyan folyamatos vagy szakaszos eljárásokkal, amelyeket a DE-A 14 95 198, a DE-A 25 58 480, a DE-A 44 13 177 számú szabadalmi leírásokban, a Polymerization Processes, Interscience, New York, 1977, pp. 424-467 és Handbuch der Technischen Polymerchemie (Handbook of Industrial Polymer Chemistry), VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 1993, pp 546-554 szakirodalmi helyeken ismertetnek. Az AH-só, mint (I) monomer polimerizálását a (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyületek jelenlétében, elvégezhetjük a hagyományos szakaszos eljárással (cf.: Polymerization Processes, Interscience, New York, 1977, 424-467., pontosabban 444-446. oldalán) vagy egy folyamatos eljárással, például az EP-A 129196 számú szabadalmi leírás alapján. Elvileg a (II), (III), (IV), (V), (VI) általános képletű vegyületeket és a kiindulási (I) monomereket külön-külön vagy keverékként táplálhatjuk a reaktorba.

Egy további előnyös megvalósításban, a polimerizálást vagy polikondenzálást, a találmánynak megfelelő eljárással, legalább

egy pigment jelenlétében hajtjuk végre. Előnyös pigmentek a titán-dioxid, előnyösen anatóz módosulat formájában, vagy szervetlen vagy szerves természetű színező vegyületek. A pigmenteket, előnyösen 0-5 tömegrész, különösen 0,02-2 tömegrész mennyiségben adjuk minden esetben a poliamid 100 tömegrészére vonatkoztatva. A pigmenteket a reaktorba táplálhatjuk a kiindulási anyagokkal vagy külön azoktól. A (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyületek alkalmazása (beleértve mint láncszabályozó összetevőt) jelentősen megjavítja a polimer tulajdonságait egy olyan polimerre összehasonlítva, amely csak pigmentet tartalmaz, de nem tartalmaz (II), (III), (IV), (V) és (VI) vegyületeket, vagy csak pigmentet és a fent meghatározott eljárásen kívül esően a (II), (III), (IV), (V) és (VI) általános képletű vegyületek keverékét tartalmazza.

A találmánynak megfelelő poliamidokat előnyösen alkalmazhatjuk szálak, fonalak, lapok, textilszövetek és sajtolt termékek előállítására. A poliamidból, különösen a polikaprolaktámból, legalább 4000 m/perc kihúzási sebesség mellett gyors fonással kapott fonalak különösen előnyösek. A jelen találmány szerinti poliamidok alkalmazásával kapott fonalaknak, szálaknak, lapoknak, textilszöveteknek és sajtolt termékeknek különböző alkalmazásuk lehet, például textilanyag vagy szőnyeg szálak.

Példák

A hőkezelést Hörauf-Suessen hőkezelő eljárással egy GVA 5000-es fonalkikészítő egységen végeztük el a következő paraméterekkel:

fonalszám: 6

hőmérséklet: 190-200°C

tartózkodási idő: 40-60 mp

harmatpont: 88-98°C

Az APHA indexet az EN1557 európai szabványnak megfelelően határoztuk meg Pt-Co standardhoz viszonyítva.

A relatív viszkozitást úgy határoztuk meg, hogy 500 mg mintát egy 50 ml-es lombikba mértünk, és jelig töltöttük 96 tömeg%-os kénsavval. A mintát feloldottuk homogén oldatot képezve.

Egy Ubbelohde No. II viszkoziméterben a felső és az alsó kalibrációs jel közötti áramlási időt $25^{\circ}\text{C} \pm 0,05^{\circ}\text{C}$ -on határoztuk meg. A méréseket addig ismételtük, míg három egymást követő mérés 0,3 mp-es tartományon belül volt. Az áramlási időt ugyanilyen módon az oldószerre is meghatároztuk. A relatív viszkozitást (RV) az

$$RV = T/T_0$$

egyenletnek megfelelően határoztuk meg, ahol

T: az oldat áramlási ideje [mp],

T₀: az oldószer áramlási ideje [mp].

A példákban jelzett, TAD-hoz, HMD-hez és TPA-hoz tartozó mennyiségek az (I) általános képletű monomeren alapuló tömeg%-ok.

1-2. összehasonlító példa, 1. példa

A fonalakat kaprolaktámból, mint (I) általános képletű monomerből állítottuk elő az 1. táblázatban megadott összetétellel és az APHA értékeket a hőkezelés előtt és után határoztuk meg.

1. táblázat

	TAD	HMD	TPA	kezelés előtti APHA	kezelés utáni APHA	kezelés előtti RV	kezelés utáni RV
1. összehasonlító	0,12	--	0,33	11	66	2,84	2,75
2. összehasonlító	--	0,32	--	27	45	2,75	2,72
1. példa	0,16	0,22	--	13	27	2,79	2,79

TAD: 4-amino-2,2,6,6-tetrametil-piperidin

HMD: hexametilén-diamin

TPA: tereftálsav

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás laktámok, ω -amino-karbonsavak, ω -amino-karbonsav-nitrilek, ω -amino-karboxamidok, ω -amino-karbonsavsók, ω -amino-karbonsav-észterek, diaminok és dikarbonsavak, dikarbonsav/diaminsók, dinitrilek és diaminok ekvimoláris elegyeinek csoportjából választott (I) monomerekből, vagy ilyen monomerek elegyeiből kapható (VIII) poliamidok előállítására, amelyben az (I) monomerek polimerizálását

0,01-0,5 tömeg% sztérikusan gátolt (II) piperidinszármazék, amelynek a (VIII) poliamidnak megfelelő amid létrehozására képes funkcionális csoportja van,

0,01-0,5 tömeg% olyan (III) vegyület, amelynek a (VIII) poliamidnak megfelelő amid létrehozására képes különböző amincsoportjai vannak, és adott esetben

egy (IV) vegyület, amelynek a (VIII) poliamid polimer-főláncához kapcsolódó amid létrehozására képes amincsoportja van,

egy (V) vegyület, amelynek a (VIII) poliamid polimer-főláncához kapcsolódó amid létrehozására képes karbonsavcsoportja van, és

egy, az (I) monomertől eltérő (VI) vegyület, amelynek a (VIII) poliamid polimer-főláncához kapcsolódó amid létrehozására képes különböző karbonsavcsoportjai vannak,

vagy ezek keverékeinek jelenlétében végezzük, úgy, hogy

az (I), (II), (III), (IV), (V) és (VI) mennyiségei legfeljebb 100%-ot adjanak ki, a (II), (III), (IV), (V) és (VI) komponensek amid-kötésen át a polimerlánchoz kötődjenek, és a polimer láncához kapcsolódó amid létrehozására képes (II), (III) és (IV)

^{75.881/BE}komponensek amincsoportjainak összege nagyobb vagy egyenlő

ponensek amincsoportjainak összege nagyobb vagy egyenlő legyen a polimer láncához kapcsolódó amid létrehozására képes (II), (V) és (VI) komponensek karbonsavcsoportjainak összegével.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, amelyben a (III) vegyületnek a (VIII) poliamiddal kapcsolatban álló amid létrehozására képes két amincsoportja van.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, amelyben hexametilén-diamint alkalmazunk (III) vegyületként.

4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, amelyben 4-amino-2,2,6,6-tetrametil-piperidint alkalmazunk (II) általános képletű vegyületként.

5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, amelyben a (VI) általános képletű vegyületnek a (VIII) poliamiddal kapcsolatban álló amid létrehozására képes két karbonsavcsoportja van.

6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, amelyben egy szulfonált dikarbonsavat alkalmazunk (VI) általános képletű vegyületként.

7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, amelyben szulfoizoftálsavat vagy sói közül egyet alkalmazzuk (VI) általános képletű vegyületként.

8. Az 1-7. igénypontok bármelyike szerinti eljárással előállítható (VIII) általános képletű poliamidok.

9. A 8. igénypont szerinti (VIII) általános képletű poliamid alkalmazása szálak, textil-szövetek és sajtolt termékek előállítására.

10. A 8. igénypont szerinti (VIII) általános képletű poliamidból előállítható szálak.

11998

midből előállítható szálak.

11. A 8. igénypont szerinti (VIII) általános képletű poliamidból előállítható textil-szövet.

12. A 8. igénypont szerinti (VIII) általános képletű poliamidból előállítható sajtolt termék.

*rejtettül
ör. Székely, Ira*

A meghatalmazott:

Beliczay László
szabadalmi ügyvivő
az S.B.G. & K. Szabadalmi Ügyvivői Iroda
tagja
H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 461-1098 Fax: 461-1099

