



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

210495

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 G 69/10

(22) Prihlásené 29 12 79
(21) (PV 9583-79)

(40) Zverejnené 29 05 81

(45) Vydané 15 02 83

(75)

Autor vynálezu

ANTOŠ KAMIL prof. ing. CSc., HODÚL PAVEL ing. CSc., BRATISLAVA,
BARTOŠ LUDOVÍT ing., TREŇČÍN, BENICKÝ MILAN ing. CSc., POPRAD a
KRAJČÍK LADISLAV ing., ŠAHY

(54) N-polyglykoloxy-metylpolyamid a spôsob jeho prípravy

1

Predmetom vynálezu je oligomérený polyamid, vhodný pre antistatickú a hydrofilnú úpravu a spôsob jeho prípravy.

Doteraz popísané látky na úpravu polyamidu ako etylénimínové deriváty polyetylén-glykolov (USA pat. 3 597 146) sa nedoporučujú pre ich kancerogénny účinok. Tiež popísaná halogenácia polyamidov za katalytického pôsobenia ultrafialového žiarenia spôsobuje oslabenie vlákna (USA pat. 3 549 305). Hydrofilizovaný oligomérený polyamid, ktorý funguje na princípe kodifúzie v literatúre doteraz popísaný nebol.

Podstatou vynálezu je hydrofilizovaný oligomérený polyamid o bode topenia od 201 až do 209 °C, ktorý možno pripraviť oligomerizáciou kyseliny ϵ -aminokaprónovej pri teplote 240 ° až 260 °C, za použitia kyseliny benzoovej, ako terminačného prostriedku. Na získaný oligomérený polyamid s obsahom 6 až 16 základných jednotiek kaprolaktanu, sa pôsobí paraformaldehydnom a nadbytkom polyetylén-glykolu o molekulovej hmotnosti 300 až 2000, s výhodou 600, v prostredí nadbytku kyseliny mravčej, pri teplote 40 až 80 °C.

V ďalšom je príprava oligomérených N-polyglykoloxy-metylpolyamidov, ozrejmená na príkladoch prevedenia bez toho, že by sa na tieto výlučne vzťahovala.

2

Príklad 1

Zmes 32,8 g (0,25 mólu) kyseliny ϵ -aminokaprónovej a 5,09 g (0,04167 mólu) kyseliny benzoovej sa vložila do reaktora a aparatúra sa trikrát prepláchla dusíkom, za účelom odstránenia kyslíka, pričom pred reaktor boli zaradené premývačky s alkalickým roztokom pyrogalolu na odstránenie kyslíka, nachádzajúceho sa v dusíku. Zmes sa zahriala na teplotu 253 °C kúpeľom z difenylu (zmes difenylu a difenyloxydu 1:1), ktorý má teplotu varu pri 253 °C. Zmes sa pri teplote nechala reagovať 2,5 hodiny za normálneho tlaku (0,984 MPa). Po tomto čase sa znížil tlak na 12, 895 kPa. Reakcia trvala ešte 1,5 hodiny.

Po skončení reakcie sa nechá produkt vychladnúť v dusíkovej atmosfére za normálneho tlaku bez prístupu vzduchu. Výsledný produkt, hexamér polyamidu 6, je slabožltá látka kryštalickej povahy, s teplotou topenia 198 až 200 °C. Výťažky sú takmer kvantitatívne. Priemerná molekulová hmotnosť stanovená parotlakovou osmometrickou metódou činila 979 kg mol.⁻¹ a limitné viskozitné číslo 0,01420 m³ kg⁻¹.

Rožtok 15 g (0,0187 mólu) hexaméru polyamidu v 38 ml 90% kyseliny mravčej pri

60 °C sa dal do trojhrdlej banky, opatrenej miešadlom, teplomerom a spätným chladičom. V kádinke sa pripravila zmes 19,2 g (0,63 mólu) paraformaldehydu a 365 g (0,63 mólu) polyetylénglykolu 600, do ktorej sa pridalo 1 g NaOH na zlepšenie rozpustnosti paraformaldehydu. Zmes sa zahriala na 60 stupňov C a za intenzívneho miešania sa pridávala do reakčnej nádoby zo začiatku veľmi pomaly, aby sa nevyzrážal polyamid. Nechalo sa reagovať 30 minút a po tomto čase sa naraz pridalo 365 g (0,63 mólu) polyetylénglykolu 600. Zmes sa za intenzívneho miešania udržiavala 30 minút pri 60 stupňoch C. Po skončení reakcie sa vliala do dvojnásobného množstva roztoku acetón : voda (1 : 1) a zneutralizovala roztokom amoniaku. Vyzrážaný produkt sa nechal u-sadiť, odfiltroval, dekantoval päťkrát v roztoku acetón - voda (1 : 1) a nechal sa vysušiť pri 65 °C. Teplota topenia bola 201 až 203 °C.

Príklad 2

Postup ako v príklade 1 s tým, že sa ako terminačné činidlo použilo 1,91 g (0,0156 mólu) kyseliny benzoovej. Získal sa hexadecamér s teplotou topenia 211 až 216 stupňov C primeranou mólovou hmotnosťou 1653 kg mol⁻¹ a limitného viskozitného čísla 0,02410.

Hydrofilizovaný hexadecamér sa pripravil za použitia 15 g (0,00776 mólu) oligoméru, 7,5 g (0,25 mólu) paraformaldehydu, 300 g (0,5 mólu) polyetylénglykolu 600. Vzniknutý produkt mal teplotu topenia 206 až 209 °C.

Príklad 3

Hydrofilizovaný hexamér podľa príkladu 1, hydrofilizovaný hexadecamér podľa príkladu 2, ako aj obdobnými postupmi pripravený hydrofilizovaný oktamér, dekamér a dodekamér polyamidu sa aplikovali na plyamidovú sprievodnú tkaninu podľa ČSN 80 0120 s plošnou hmotnosťou 124 g.m⁻² vo forme 4% vodnej disperzie pri 100% odžmyku na laboratórnom foularde a fixácii pri minúty pri teplote 180 °C.

Vzorky sa prali v modelovej pračke s použitím bežného pracieho alkylarylsulfonátového prostriedku o koncentrácii 3 g/l o teplote 40 °C.

Potenciál plošného náboja sa stanovil na elektrizačnom prístroji pri 28 % relatívnej vlhkosti a teplote 21 °C.

Soil release účinnosť sa stanovila za použitia opotrebovaného automobilového oleja a s následným vyhodnotením percenta vyprania olejovej špiny. Nasiakavosť sa stanovila na základe sacej výšky podľa ČSN 80 0828 a udaná je v mm.

Výsledky z uvedených sledovaní v porovnaní s neupravenou polyamidovou sprievodnou tkaninou sú uvedené v tabuľke 1.

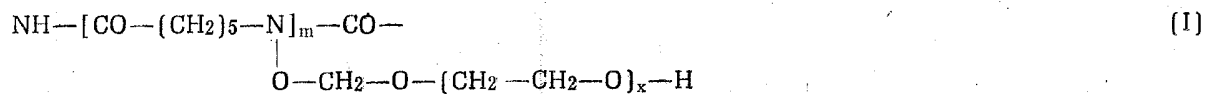
Hydrofilizovaný oligomérny polyamid možno jednoduchým spôsobom aplikovať na polyamidové vlákna a polyamidovú striž, čím sa dosiahne ich antistatická a hydrofilná úprava na základe princípu kodifúzie do polyamidu.

Tab. 1: Hodnoty potenciálu plošného náboja, s oil release účinku a vztlínivosti upravených vzoriek

Produkt:	Potenciál plošného náboja RV		Soil release účinnosť % vyprania		Vztlínivosť mm	
	po 1. praní	po 5. praní	po 1. praní	po 5. praní	po 1. praní	po 5. praní
Neupravené	15,5	16,2	44,9	44,0	49,0	57,0
Hydrofilizovaný hexamér	10,5	9,0	49,3	49,9	52,7	59,7
Hydrofilizovaný oktamér	10,3	16,0	51,6	54,1	53,3	61,7
Hydrofilizovaný dekamér	10,6	11,5	51,6	53,7	54,3	62,7
Hydrofilizovaný dodekamér	12,0	15,2	51,8	53,6	53,3	61,0
Hydrofilizovaný hexadecamér	13,2	16,0	53,8	50,7	59,0	62,3

PREDMET VYNÁLEZU

1. N-polyglykoxymetylpolyamid obecného vzorca



kde m je 6 až 16 a x je 7 až 45.

2. Spôsob prípravy N-polyglykoxymetylpolyamidu podľa bodu 1 obecného vzorca I, vyznačujúci sa tým, že kyselina ϵ -amínokaprónová sa oligomerizuje pri teplote 240 až 260 °C na 6 až 16 základných jednotiek za použitie kyseliny benzoovej ako termi-

načného prostriedku a ďalej sa pôsobí paraformaldehydom a nadbytkom polyetylén glykolu o molekulovej hmotnosti 300 až 2000 s výhodou 600 v prostredí nadbytku kyseliny mravčej pri teplote 40 až 80 °C s výhodou 60 °C.