



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

207 886

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlásené 21 11 79
(21) PV 8003-79

(51) Int. Cl.³ D 01 F 1/10
C 08 K 5/13

(40) Zverejnené 31 10 80
(45) Vydané 01 12 83

(75)

Autor vynálezu

GALLOVIČ JÁN Ing., KVARDA VLASTISLAV Ing., POPRAD, HORVÁTH EDUARD Ing. CSc.,
ONDREJKOVIČOVÁ IVETA Ing., BRATISLAVA a MIŠENDA PETER prom.chem., SPIŠSKÁ NOVÁ VES

(54) Tepelne a svetelne stabilizované polyamidy, najmä vlákna.

1

Vynález pojednáva o tepelne a svetelne stabilizovaných polyamidoch, najmä vláknach, pripravených aplikáciou komplexnej zlúčeniny medi.

Zvýšenie odolnosti polyamidových vlákien voči nepriaznivým účinkom tepla, svetla a poveternostných vplyvov je prakticky už od zahájenia ich výroby jedným z prvoradých problémov pri predĺžovaní doby ich použiteľnosti. V priebehu vývoja nových technológií výroby polyamidových vlákien sa našlo veľké množstvo účinných ochranných látok, avšak iba niektoré z nich našli uplatnenie vo veľkoprevádzkovom merítku. Používané stabilizátory pôsobia ako prostriedky zvyšujúce odolnosť polyamidových vlákien voči účinkom tepla a svetla, prípadne majú univerzálny charakter. Medzi stabilizátory s univerzálnym charakterom môžeme zaradiť aj niektoré komplexné zlúčeniny kovov, hlavne medi. Ich aplikácia patrí medzi najefektívnejšie spôsoby stabilizácie polyamidov, nakoľko vzhľadom na ich vysokú účinnosť postačuje použitie niekoľkonásobne menšieho množstva ako pri aplikácii známych organických zlúčenín.

Pri výbere stabilizačných látok nie sme viazaní iba podmienkami výroby vlákien a účinnosťou stabilizátora, ale je potrebné prispôbovať sa aj podmienkam ďalšieho spracovania vlákien a účelu ich použitia. Tak napríklad pri výrobe kordových vlákien je nutné

287 888

posúdiť vplyv stabilizátorov nielen z hľadiska zvýšenia odolnosti vlákien voči tepelnej degradácii, ale aj z hľadiska dynamických únavných hodnôt vlákna a adhézie ku gume.

V našich výrobných podmienkach je použitie univerzálneho stabilizačného systému najvýhodnejšie, nakoľko by pri použití špecifických teplo a svetlostabilizátorov pri prechode výroby z jedného druhu stabilizovaného vlákna na druhý dochádzalo k značným surovinovým stratám a k stratám výrobných kapacít.

Predmetom tohoto vynálezu sú polyamidy stabilizované voči degradačným účinkom tepla a svetla vyznačujúce sa tým, že pozostávajú z polyamidu s prídavkom o-aminofenolátu meďnatého v množstve zodpovedajúcom 20-250 ppm meďi na hmotnosť polyamidu. Uvedený stabilizačný systém možno aplikovať v ktoromkoľvek štádiu výroby polyamidov, s výhodou pred polymerizáciou.

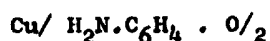
Zistili sme, že medzi takéto univerzálne stabilizátory patrí aj chelátový molekulový komplex o-aminofenolátu meďnatého. Táto zlúčenina poskytuje polyamidom, zvlášť vláknam, veľmi dobrú odolnosť voči teplo a svetlodegradácii. Ukázalo sa, že najvýhodnejšie je aplikovať uvedený chelátový komplex v množstve zodpovedajúcom 20-250 ppm meďi v polyamide.

Uvedený stabilizačný systém sa môže pridávať v ktoromkoľvek technologickom uzle výroby polyamidov, s výhodou pred polymerizáciou alebo do polyméru pred zvláknovaním. Pridávanie o-aminofenolátu meďnatého pred polymerizáciou je umožnené jeho dostatočnou termickou stálosťou v podmienkach polymerizácie, ako sme zistili zo záznamov diferenciálnej termickej analýzy.

Pri aplikácii stabilizátorov je veľmi dôležité zistenie korozívnych účinkov stabilizačného systému na konštrukčný materiál technologických zariadení v podmienkach výroby polyamidových vlákien. Ako sme zistili v laboratórnych podmienkach, korozívne účinky spomínaného systému na konštrukčný materiál ČSN 17 246 po 1000 hodinách pôsobenia sú zanedbateľné.

Orto-aminofenolát meďnatý je chelátový molekulový komplex. Pripravuje sa tavením oxidu meďnatého s orto-aminofenolom $C_6H_4/NH_2/OH$ pri teplote 150 až 250 °C v mólovom pomere CuO: o-aminofenol = 1:2. Vzniknutá tavenina sa rozotiera na jemný prášok a čistí sa dekantáciou s acetónom. Pripravená látka je nerozpustná vo vode a organických rozpúšťadlách. Látka odoláva termickému rozkladu do 300 °C. Obsahuje 23 až 29 % Cu podľa dĺžky doby tavenia. Je výhodné v priebehu reakcie vysublimovaný o-aminofenol vrácať späť do reaktora alebo látku pripravovať v autokláve.

Pripravená látka o-aminofenolát meďnatý má zloženie:



Príklad 1

Na vysušený polyamidový granulát s relatívnou viskozitou 2,9 /20°C, H₂SO₄/ sme naniesli poprášením o-aminofenolát meďnatý v takom množstve, aby celkový obsah medi v polyamide bol 80 ppm. Takto upravený granulát sa zvlákni bežným extrudérovým spôsobom. Po následnom dĺžení sme získali vlákna s relatívnou pevnosťou v ťahu 6,4 cN/dtex a ťažnosťou 29,4 %.

Takto stabilizované polyamidové vlákno bolo podrobené tepelnej degradácii v teplovzdušnom sterilizátore s nútenou cirkuláciou vzduchu pri teplote 177°C po dobu 16 hodín.

Odolnosť vlákien voči fotodegradácii bola sledovaná ožarovaním v prístroji Xenotest počas 1250 hodín.

Zbytková pevnosť vlákien po termickom namáhaní bola 81,7 %, ťažnosť 30,7 %. Po fotodegradácii v Xenoteste zbytková pevnosť bola 88,5 % a ťažnosť 22,0 %.

Vlákna pripravené tým istým spôsobom bez prídavku stabilizátora vykazovali po tepelnom namáhaní zbytkovú pevnosť 8,8 % a ťažnosť 2,6 %. Po vystavení v Xenoteste bola zbytková pevnosť 12,1 % a ťažnosť klesla na 10,5 %.

Príklad 2

Do polymerizačnej násady 200 kg - kaprolaktámu sme pridali okrem iniciátora polymerizácie a stabilizátora mol. hmotnosti aj o-aminofenolát meďnatý v množstve 0,06 % hmot. Po ukončení polymerizácie sme zo získaného granulátu bežným spôsobom pripravili vlákno, ktoré malo rel. pevnosť v ťahu 6,6 cN/dtex a ťažnosť 29,1 %.

Toto vlákno bolo vystavené termo a svetlodegradácii ako v príklade 1.

Po tepelnom namáhaní vlákno vykazovalo zbytkovú pevnosť 84,5 % a ťažnosť 28,6 %. Po namáhaní v Xenoteste malo zbytkovú pevnosť 91,0 % a ťažnosť 22,3 %.

Vlákna pripravené tým istým spôsobom bez prídavku stabilizátora vykazovali po tepelnom namáhaní zbytkovú pevnosť 9,1 % a ťažnosť 4,2 %. Po vystavení v Xenoteste bola zbytková pevnosť 11,8 % a ťažnosť klesla na 11,2 %.

207 888

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Tepelne a svetelne stabilizované polyamidy, najmä vlákna, vyznačené tým, že pozostávajú z polyamidu a chelátového molekulového komplexu o-aminofenolátu meďnatého v množstve zodpovedajúcom 20-250 ppm medi na hmotnosť polyamidu.