ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

211798
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[3]
C 09 J 3/14

/22/ Přihlášeno 13 05 80
/21/ /PV 3331-80/

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 05 83

(75)
Autor vynálezu KONDELÍKOVÁ JAROSLAVA ing. CSc., KARHAN FRANTIŠEK, PRAHA, PROKOPOVÁ IRENA ing., NERATOVICE, KRÁLÍČEK JAROSLAV ing. DrSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy tavných lepidel

Vynález se týká způsobu přípravy lepidel kopolymerací dvou laktamů obecného vzorce $NH-(CH_2)_x-CO$, kde x je 5, 7, 11.

V poslední době je stále větší pozornost věnována výzkumu a výrobě nových polymerních materiálů s vlastnostmi tak zvaných tavných lepidel, bez kterých si již nelze představit například moderní oděvní průmysl. Tyto adhezívní materiály se aplikují pouze za působení tepla, to znamená bez přítomnosti rozpouštědel, tvrdidel a podobně. Proto je jejich použití velmi jednoduché a ekonomické. Jsou vyvíjeny především pro textilní průmysl, uplatnění nacházejí však rovněž v kožedělném a nábytkářském průmyslu, v obalové technice a podobně.

Hlavními požadavky na vlastnosti tavných lepidel jsou: interval tání nižší než 150 °C, s výhodou 100 až 130 °C, tavný index 20 až 50 g/10 min při 190 °C/2,16 kg, dobrá flexibilita a odolnost vůči praní a chemickému čištění. Tyto požadavky z možných polymerních materiálů splňují zejména polyamidy. Uvedené oblasti intervalu tání je však u polyamidů možno dosáhnout pouze současnou polymerací nebo polykondenzací více než dvou polyamidotvorných monomerů. Proto základem v současné době vyráběných textilních tavných lepidel i dalších lepidel jsou terpolymery laktamů nebo solí dikyselin s diaminy. Nejobvyklejšími složkami bývají 6-kaprolaktam, sůl kyseliny adipové s hexamethylendieminem a 12-dodekanlaktam. Dvojsložkové kopolymery polyamidotvorných monomerů nejsou vhodné, neboť interval tání těchto kopolymerů nelze snížit pod 150 °C.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy tavných lepidel kopolymerací dvou laktamů obecného vzorce $NH-(CH_2)_x-CO$, kde x je 5, 7, 11. Jeho podstata spočívá v tom, že se kopolymerace provádí za přítomnosti 0,1 až 30 % hmot. přírodních nebo syntetických vosků, vazelin, parafinů, nízkomolekulárních polyolefinů (M. h. 10 000) nebo jejich směsí.

Podle dalších význaků je možno kopolymeraci provádět za přítomnosti hydrolytických katalyzátorů při teplotách 200 až 330 °C nebo kationtových katalyzátorů, s výhodou za přítomnosti bezvodé kyseliny fosforečné při téže teplotě nebo aniontových iniciačních systémů při teplotách 130 až 280 °C. Konečně je možno jako výchozích laktamů použít 6-kaprolaktam a 12-dodekanlaktam v molárním poměru 1:1.

Základní účinek způsobu podle vynálezu spočívá zejména v urychlení polymerace.

Z řady laktamů ómega-aminokyselin lze použít jakéhokoliv dvojice laktamů obecného vzorce $NH-(CH_2)_x-CO$, kde x je 5, 7, 11, s výhodou zejména průmyslově vyráběné dvojice laktamů: 6-kaprolaktamu a 12-dodekanlaktamu. Vzájemný poměr koncentrací obou laktamů ovlivňuje interval tání produktu. Nejnižšího intervalu tání lze dosáhnout při ekvimolárním poměru obou laktamů. Příprava tavných adhezív z výše popsané směsi probíhá tzv. hydrolytickým mechanismem, tj. při teplotách 200 až 320 °C v přítomnosti vody, ómega-kyselin, nebo solí diaminů a dikyselin jako katalyzátorů, proces však je možno vést též v přítomnosti kationtových nebo aniontových katalytických systémů a rovněž v nepřítomnosti katalyzátorů. V nepřítomnosti katalyzátorů, ale i v přítomnosti tak zvaných hydrolytických katalyzátorů má třetí složka zároveň aktivující účinek na polymeraci; urychlení polymerace je významné zejména při použití 12-dodekanlaktamu jako jedné z polyamidotvorných složek. V přítomnosti 5 hmot. % synthetického vosku nebo přírodního vosku, například včelího vosku nebo lanolinu ve výchozí ekvimolární směsi těchto laktamů je kopolymerace ukončena již po 100 hodinách.

Způsob podle vynálezu je dále popsán na příkladech provedení a shrnut do tabulek.

P ř í k l a d 1 až 22

Do skleněné ampule byla naváženo 0,48 mol 6-kaprolaktamu, 0,02 mol kyseliny 6-aminokapronové, 0,50 mol 12-dodekanlaktamu a k této komonomerní směsi přidáno určité množství třetí složky podle údajů, uvedených v tabulce I. Ampule byla pak 2 hodiny evakuována (1,6 kPa) a za vakua zatavena. Polymerace probíhala při teplotě 260 °C a po době uvedené v tabulce byl získán rovnovážný kopolymer. Jeho intervaly tání a vnitřní viskozita m-krezolových roztoků při 25 °C jsou rovněž uvedeny v tabulce I.

T a b u l k a I

Kopolymerace ekvimolární směsi 6-kaprolaktamu a 12-dodekanlaktamu v přítomnosti třetí složky. Polymerační teplota 260 °C, katalyzátor 2 mol % kyseliny 6-aminokapronové

příklad	třetí složka	% hmot.	doba polymerace hod.	interval tání °C	
1	vosk. mikrokryst.	5	96	128 až 132	1,34
2	parafin tech.	5	96	129 až 133	1,43
3	vaselina medic.	2	96	135 až 139	1,16
4	lanolin	2	96	130 až 133	1,20
5	lanolin	5	96	126 až 130	0,84
6	lanolin	10	72	112 až 118	0,62
7	včelí vosk sur.	5	96	126 až 129	0,48
8	včelí vosk rafin.	5	96	129 až 131	0,37
9	vosk synth.	2	96	130 až 133	1,20
10	"	3	96	126 až 130	0,99
11	"	5	96	122 až 128	0,76
12	"	10	72	117 až 120	0,49
13	"	13	72	115 až 118	0,45

příklad	třetí složka	% hmot.	doba polymerace hod.	interval tání °C	
14	vosk. synth.	24	72	90 až 95	0,36
15	polyethylen (M. h. 5 000)	0,1	120	128 až 132	1,30
16	"	0,3	120	127 až 130	1,28
17	"	0,5	96	128 až 129	1,27
18	"	1	96	125 až 127	1,27
19	"	1,5	96	124 až 126	1,10
20	"	15	72	120 až 123	1,05
21	polypropylenový olej (M.h. 1 000)	0,5	120	129 až 131	1,31
22	"	5	96	120 až 122	1,28

vnitřní viskozita roztoků kopolymerů v m-krezolu (koncentrace 0,4 g kopolymeru/100 ml m-krezolu; teplota 25 °C) M. h. – molekulová hmotnost.

P ř í k l a d 23 až 32

Do skleněné ampule byly naváženy monomery, v některých případech též iniciátor a k této směsi přidána modifikační složka podle údajů uvedených v tabulce II. Polymerace byla prováděna postupem, uvedeným v příkladu 1 až 22.

T a b u l k a II

příklad	monomery	mol %	iniciátor mol %	modifikátor hmot. %	doba polymerace hod.	interval tání °C
23	6KL, 48	8 KL, 50	AKK, 2	vosk synt., 5	20	121 až 124
24	"	"	"	polypropylenový olej (M. h. 1 000) 3	20	122 až 124
25	12LL, 50	8KL, 48	"	parafin. techn., 10	72	122 až 128
26	"	"	"	polyethylen (M.h. 10 000), 0,5	96	127 až 130
27	6KL, 50	12LL, 50	0	squalan, 5	120	128 až 132
28	"	8KL, 50	"	polyethylen (M. h. 10 000) 1,5	96	125 až 128
29	"	"	"	vosk. synth., 5	96	122 až 127
30	6KL, 48	"	6KL.H_3PO_4	lanolin, 10	10	115 až 120
31	"	"	"	polypropylenový olej (M.h. 1 000) 1	10	126 až 130
32	8KL, 48	"	"	polyethylen (M.h. 10 000), 1	10	125 až 127

6KL - 6-kaprolaktam, 8KL - 8-oktanlaktam, 12LL - 12-dodekanlaktam, AKK - kyselina 6-aminokapronová, 6KL.H_3PO_4 - sůl 6-kaprolaktamu s kyselinou fosforečnou, squalan - 2, 4, 10, 15, 19, 23-hexamethyltetrakosan, M. h. - molekulová hmotnost

P ř í k l a d 33 až 35

Aniontová polymerace 0,4975 mol 6-kaprolaktamu, 0,4975 mol 12-dodekan laktamu, 0,0025 mol sodné soli 6-kaprolaktamu (iniciátor) a 0,0025 mol N-acetyl-6-kaprolaktamu (aktivátor) byla prováděna v adiabatickém reaktoru při počáteční teplotě 140 °C. Modifikační složka byla přidávána k roztaveným monomerům před dodáním iniciačního systému. Modifikační složky a jejich koncentrace jsou uvedeny v tabulce III.

T a b u l k a III

Aniontová adiabatická kopolymerace equimolární směsi 6-kaprolaktamu a 12-dodekanlaktamu

příklad	modifikátor, hmot. %	interval tání, °C
33	parafin, techn., 2	133 až 136
34	lanolin, 5	126 až 130
35	polyethylen (M. h. 10 000), 5	122 až 125

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy tavných lepidel kopolymerací dvou laktamů obecného vzorce $NH-(CH_2)_x-CO$, kde x je 5, 7, 11, vyznačený tím, že se kopolymerace provádí za přítomnosti 0,1 až 30 % hmot. přírodních nebo syntetických vosků, olejů, vaselin, parafinů, polyolefinů o molekulové hmotnosti menší než 10 000 nebo jejich směsí.

2. Způsob přípravy tavných lepidel podle bodu 1, vyznačený tím, že se kopolymerace provádí za přítomnosti hydrolytických katalyzátorů při teplotách 200 až 330 °C.

3. Způsob přípravy tavných lepidel podle bodu 1, vyznačený tím, že se kopolymerace provádí za přítomnosti kationtových katalyzátorů, s výhodou za přítomnosti bezvodé kyseliny fosforečné při teplotách 200 až 330 °C.

4. Způsob přípravy tavných lepidel podle bodu 1, vyznačený tím, že se kopolymerace provádí za přítomnosti aniontových iniciačních systémů při teplotách 130 až 280 °C.

5. Způsob přípravy tavných lepidel podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako výchozích laktamů použije 6-kaprolaktamu a 12-dodekanlaktamu v molárním poměru 1:1.

Severografia, n. p., závod 7, Most