



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

211895

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 08 G 69/20

C 08 G 69/18

[22] Přihlášeno 19 05 80

[21] {PV 3448-80}

[40] Zveřejněno 31 07 81

[45] Vydáno 29 07 83

[75]

Autor vynálezu

MAŘÍK JIŘÍ ing. CSc., ČÁSENSKÝ BOHUSLAV ing. CSc., PRAHA,
KUBÁNEK VLADIMÍR doc. ing. CSc., KRALUPY NAD VLTAVOU,
BALCAR PAVEL ing., JAROMĚŘ, KRÁLÍČEK JAROSLAV prof. ing. DrSc., PRAHA

(54) **Způsob výroby polyamidových bloků se sníženým obsahem defektních útvarů**

Způsob výroby polyamidových bloků se sníženým obsahem defektních útvarů.

Vynález spadá do oboru výroby makromolekulárních látek a konkrétně se dotýká výroby polyamidových bloků, připravovaných aniontovou polymerací pod bodem tání polymeru za iniciace kaprolaktamohlinitanů sodných.

Vynález řeší problém zamezování vzniku defektních útvarů v polyamidových blocích. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se k reakční směsi před polymerací nebo během polymerace přidá 0,002 až 0,01 hmot. % metylsilikonového oleje ve směsi s aerogelem kyslíčnicku křemičitého.

Vynález se týká způsobu výroby polyamidových bloků se sníženým obsahem defektních útvarů, připravených aniontovou aktivovanou polymerací pod bodem tání polymeru, iniciovanou kaprolaktamohlinitanem sodným obecného vzorce $\text{NaAl}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3)_x[\text{N}(\text{CH}_2)_5\text{CO}]_{4-x}$, kde x je rovno 0 nebo 2.

Při výrobě polyamidových bloků se často setkáváme s výrobky, které nejsou homogenní a obsahují nežádoucí bubliny. Tyto bubliny vznikají ve většině případů při přepouštění reakční směsi, při kterém dochází ke strhávání částic plynu (inert, vzduch), které pak po nalití vystupují k hladině. Jejich únik nebývá dokonalý a tak dochází ke znehodnocení produktu. Častým průvodním jevem je, že po zahájení polymerace, kdy dochází ke značnému zvětšení viskozity taveniny, vytvoří tyto bubliny na povrchu taveniny pěnu z reagující směsi, která se ochlazuje a nedopolymeruje. Při chlazení odlišků ve formách zatéká tento nedopolymerovaný podíl po objemové kontrakci odlišků mezi formu a stěnu polymerovaného bloku a způsobuje znečištění a částečné znehodnocení jeho povrchu.

K odstranění nebo výraznému snížení tohoto nežádoucího jevu není dosud v literatuře popsán žádný způsob.

Uvedené problémy řeší předložený vynález způsobu výroby polyamidových bloků se sníženým obsahem defektních útvarů, připravovaných aniontovou aktivovanou polymerací pod bodem tání polymeru za iniciace kaprolaktamohlinitanů sodných obecného vzorce $\text{NaAl}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3)_x[\text{N}(\text{CH}_2)_5\text{CO}]_{4-x}$, kde x je rovno 0 nebo 2, podle kterého se k reakční směsi před polymerací nebo během polymerace přidá 0,002 až 0,01 hmot. % methylsilikonového oleje ve směsi s 6 až 10 hmot. % aerogelu kysličníku křemičitého.

Provedení polymerace podle vynálezu je jednoduché a nezpůsobuje žádné technologické problémy. Přídavek methylsilikonového oleje do výchozí reakční směsi v uvedených koncentracích nevyvolává žádný nežádoucí efekt pro průběh reakce, ani neovlivňuje vlastnosti připravovaného polyamidu. Vliv se projeví pouze v kvalitě produktu, a to výrazným snížením obsahu defektních útvarů. Zvětšováním obsahu přidávaného methylsilikonového oleje ve směsi s aerogelem kysličníku křemičitého se vliv těchto látek již nezvětšuje a dosažená kvalita připravovaného polyamidu se nemění.

Dále je uvedeno několik příkladů provedení způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

V nerezovém zásobníku I bylo roztaveno 100 kg 6-kaprolaktamu a ke vzniklé tavenině bylo přidáno 2,8 kg 80% toluenového roztoku dikaprolaktamo-bis (2-methoxyethoxy) hlinitanu sodného (0,3 mol % na 6-kaprolaktam v zásobníku I a II). V zásobníku II bylo roztaveno 100 kg 6-kaprolaktamu a ke vzniklé tavenině bylo přidáno 0,93 kg 2,4-toluendihisokyanátu (0,3 mol % na 6-kaprolaktam v zásobníku I a II) a 10 g methylsilikonového oleje ve směsi s 8 hmot. % aerogelu kysličníku křemičitého. Po zhomogenizování obou tavenin byla vzniklá reakční směs rozlita do forem předehřátých na 433 K. Bloky připraveného polyamidu měly hladký povrch a po rozřezání bylo zjištěno, že neobsahují defektní útvary.

Příklad 2

Ve skleněné nádobce bylo pod dusíkem roztaveno 140 g směsi 6-kaprolaktamu (97,5 g — 80 mol %) a 12-laurolaktamu (42,5 g — 20 mol %). K takto vzniklé směsi bylo přidáno 0,003 g methylsilikonového oleje ve směsi s 8 hmot. % aerogelu kysličníku křemičitého, 1,53 g 70% toluenového roztoku tetrakaprolaktamohlinitanu sodného (0,2 mol %) a 0,5 g N-acetyl-6-kaprolaktamu (0,3 mol %). Směs byla zhomogenizována protřepáním a přelita do skleněné zkumavky umístěné v termostátované lázni na 433 K. Rychlost úniku bublin plynu stržených při přelévání byla minimálně dvojnásobně vyšší než za stejných podmínek, kdy nebylo užito přídavku methylsilikonového oleje ve směsi s aerogelem kysličníku křemičitého. Získaný polymer neobsahoval defektní útvary na povrchu a byl prost plynných dutin.

Příklad 3

V nerezovém zásobníku bylo roztaveno 35 kg 6-kaprolaktamu o obsahu vody 0,04 hmot. % a postupně bylo přidáno při 413 K 268 g 70% toluenového roztoku dihydrido-bis (2-methoxyethoxy) hlinitanu sodného (0,3 mol %) a 324 g 2,4-toluendihisokyanátu. Při homogenizaci mícháním docházelo ke tvorbě pěny, jejíž objem se po nalití do předehřáté formy (433 K) znásobil. Pěna ve formě velmi pomalu klesala (několik minut). Po přídavku 1,5 g methylsilikonového oleje ve směsi s 8 hmot. % aerogelu kysličníku křemičitého ke zbytku asi 20 kg reakční směsi ke tvorbě pěny na povrchu taveniny prakticky nedošlo.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby polyamidových bloků se sníženým obsahem defektních útvarů, připravených aniontovou aktivovanou polymerací pod bodem tání polymeru za iniciace kaprolaktamohlinitanů sodných obecného vzorce $\text{NaAl}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3)_x[\text{N}(\text{CH}_2)_5\text{CO}]_{4-x}$, kde x je rovno 0 nebo 2,

vyznačený tím, že se k reakční směsi před polymerací nebo během polymerace přidá 0,002 až 0,01 hmot. % methylsilikonového oleje ve směsi s 6 až 10 hmot. % aerogelu kysličníku křemičitého.