



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 259

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 02 82
(21) PV 1065-82

(51) Int. Cl.³ C 08 G 69/16

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 07 85

(75)

Autor vynálezu

BUKAČ ZBYNĚK ing. CSc.

ŠEBENDA JAN ing. DrSc., PRAHA

SUCHÝ RICHARD ing., LIBEREC

(54) Způsob výroby nízkotavitelného modifikovaného kopolyamidu

1

Vynález se týká způsobu výroby nízkotavitelného modifikovaného kopolyamidu, obsahujícího strukturní jednotky odvozené od kaprolaktamu, dodekanolaktamu a hexamethylendiamoniumadipátu.

Je známo, že kopolymerace systému kaprolaktam, dodekanolaktam, hexamethylendiamoniumadipátu je obtížná a to proto, že dodekanolaktam vyžaduje k dosažení vysokého stupně konverze dlouhodobé zahřívání na vysokou teplotu, nejméně 290 °C. Při těchto teplotách však již dochází k rozkladu celého kopolymeračního systému zvláště hexamethylendiamoniumadipátu a do polymeru se vestavují neregulérní strukturní jednotky. Byly proto hledány způsoby, které by tyto nedostatky odstranily. Tak například dle USP 3,536.780 je tento problém řešen tak, že při kopolymeraci je místo monomerního dodekanolaktamu použit polydodekanolaktam a kopolymerace se tak může provádět při nižší teplotě. Nevýhodou však stále zůstává příliš dlouhá doba kopolymerace, a to nejméně 15 hodin.

Tento nedostatek lze odstranit, provede-li se kopolymerace směsi uvedených monomerů nebo jejich polymerů způsobem podle tohoto vynálezu, který je vyznačený tím, že se kopolymerace provede za tlaku 0,5 až 2 MPa, při teplotě 260-280 °C po dobu 2-8 hodin v přítomnosti kyseliny fosforečné a vyšších alifatických karboxylových kyselin o počtu nejméně 10 uhlíkových atomů.

Výhody způsobu výroby nízkotavitelných kopolyamidů dle tohoto vynálezu spočívají v možnosti podstatného zkrácení reakční doby, což za současného zvýšeného tlaku vede k dostatečně účinnému potlačení rozkladových reakcí. Dále se zkrácením reakční doby a snížením teploty dochází k úsporám energie a ostatních výrobních nákladů, což je ekonomicky výhodné. Další předností způsobu dle tohoto vynálezu spočívají ve zvýšené hydrofobnosti vznikajícího kopolyamidu účinkem vyšších alifatických karboxylových kyselin tím, že koncové aminoskupiny kopolymeru jsou nejen blokovány, ale je na ně vázán dlouhý alifatický řetězec hydrofobních vlastností. To je zvláště významné při použití kopolyamidů připravených dle tohoto vynálezu jako taveninového adhesiva, například v textilním průmyslu. Uvedené výhody způsobu výroby kopolyamidů dle tohoto vynálezu představují tedy technický pokrok.

Příklad 1

Do autoklávu bylo vloženo 287 mol kaprolaktamu, 198 mol dodekanolaktamu, 217 mol hexamethyldiamoniumadipátu, 1 kg stearinu, 1 % mol kyseliny fosforečné. Reakční směs byla za stálého míchání zahřívána po dobu 4 hodin na 270 °C a tlaku 1,6 MPa. Po této době byl tlak snížen na atmosférický, teplota na 260 °C a pokračováno 30 minut v míchání. Po této době byla tavenina transportována zubovým čerpadlem přes trysku a vzniklý proud taveniny veden žlabem s vodou kde ztuhl na strunu, z níž byly v granulátoru připraveny granule 4x2 mm. Po vysušení byly granule rozemlety na prášek o velikosti zrn 80-200 μ . Teplota tání produktu ležela v mezích 114-118 °C a při 150 °C měla viskozitu 16 000 mPa.s. Při aplikaci v textilním průmyslu jako taveninové adhesivum vykazovala vysokou adhesivitu, která byla zcela dostatečná ještě po pětinasobném čištění v perchlorethylenu a trichlorethylenu a byla rovněž odolná vůči pracím prostředkům.

Příklad 2

Do autoklávu bylo vloženo stejné množství monomerních složek a kyseliny fosforečné jako v příkladu 1. Místo stearinu bylo použito 1 kg směsí alifatických kyselin vzniklých po hydrolýze lanolinu a 0,2 kg stearylaminu. Směs byla zahřívána za míchání 2 hodiny na 280 °C při tlaku 1,5 až 1,8 MPa. Po této době byl snížen tlak na atmosférický, teplota na 260 °C a tavenina míchána při této teplotě ještě 60 minut. Teplota tání produktu je 115-118 °C a viskozita při 150 °C cca 18 000 mPa.s.

Příklad 3

Směs 200 g polykaprolaktamu, 400 g polydodekanolaktamu a 400 g nylonu 6.6 byla vložena do autoklávu, přidáno 20 g kyseliny fosforečné 85% a 20 g kyseliny laurové. Zahříváno na 260 °C za tlaku 1,8 MPa za stálého míchání po dobu 7 hodin. Po této době tlak v autoklávu snížen na atmosférický a pokračováno v míchání ještě 30 minut. Teplota tání výsledného kopolymeru kolem 135 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby nízkotavitelného modifikovaného kopolyamidu, obsahujícího strukturní jednotky odvozené od kaprolaktamu, dodekanolaktamu a hexamethyldiamoniumadipátu, vyznačený tím, že se směs kaprolaktamu, dodekanolaktamu a hexamethyldiamoniumadipátu nebo jejich polymerů zahřívá na teplotu 260-280 °C za tlaku 0,5 až 2 MPa v přítomnosti kyseliny fosforečné a alifatických karboxylových kyselin obsahujících více než 10 atomů uhlíku nebo jejich směsí s alifatickými aminy s více než 10 atomy uhlíku po dobu 2-8 hodin.
2. Způsob výroby dle bodu 1, vyznačený tím, že se kyselina fosforečná přidá v množství 0,3-3 % mol a karboxylové kyseliny v množství 0,5-5 % mol.
3. Způsob výroby dle bodu 1 a 2, vyznačený tím, že jako karboxylové kyseliny se použijí kyselina stearová, palmitová nebo jejich směs s výhodou stearin nebo směs kyselin vznikajících hydrolysou lanolinu a jako aminy zejména stearylamin.
4. Způsob výroby dle bodu 1 a 2, vyznačený tím, že se po skončení kopolymerace sníží tlak na atmosférický a tavenina udržuje na 250-270 °C nejméně 30 minut a zpracuje dále způsobem o sobě známým na granulát, případně rozemele na prášek.