



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **280 766 A1**

5(51) C 08 G 69/16

PATENTAMT der DDR

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 08 G / 270 634 7	(22)	12.12.84	(44)	18.07.90
(71)	VEB Chemiefaserwerk Guben „Herbert Warnke“, Straße der Chemiearbeiter, Wilhelm-Pieck-Stadt Guben, 7560, DD				
(72)	Reeck, Regina, Dipl.-Chem., DD				
(54)	Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyamid				

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyamid. Sie wird in der Chemiefaserindustrie angewendet. Das Ziel der Erfindung ist die Erhöhung der Viskosität und des Weißgrades. Die Aufgabe der Erfindung besteht in der Schaffung eines Verfahrens, bei dem durch den Einsatz einer bestimmten Katalysatorkombination der Polykondensationsverlauf gezielt beeinflusst wird. Die erfindungsgemäße Lösung sieht ein Verfahren vor, bei dem ein aus 15 Teilen Calciumcarbonat, 4 bis 5 Teilen Bariumsulfat und 0,2 bis 0,5 Teilen Titan-dioxid bestehendes Katalysatorsystem mit einem 20–25%igen Kieselestergemisch, bezogen auf den Katalysatorzusatz, beschichtet und gemeinsam mit den Ausgangsstoffen bei einer Temperatur von 250 bis 260°C polykondensiert wird.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyamid, bei dem den Ausgangsstoffen ein aus mehreren Komponenten bestehendes Katalysatorsystem zugesetzt und anschließend die Polykondensation durchgeführt wird, **gekennzeichnet dadurch**, daß ein aus 15 Teilen Calciumcarbonat, 4 bis 5 Teilen Bariumsulfat und 0,2 bis 0,5 Teilen Titandioxid bestehendes Katalysatorsystem mit einem 20 bis 25%igen Kieselegestergemisch, bezogen auf den Katalysatorzusatz, beschichtet und gemeinsam mit den Ausgangsstoffen bei einer Temperatur von 250 bis 260°C polykondensiert wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyamid in Gegenwart eines Katalysatorsystems, das in der Chemiefaserindustrie angewendet wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, die hydrolytische Polymerisation von ϵ -Aminocaprolactam durch die Anwendung von Katalysatoren zu beschleunigen. Aus der Patentliteratur ist zu entnehmen, daß vorrangig saure Katalysatoren einzeln oder in Kombination mit Kokatalysatoren eingesetzt werden.

In der GB-PS 1 148 508 und der DE-OS 2 508 564 werden den Ausgangsmaterialien vor der Polykondensation saure Salze, wie beispielsweise TiCl_2 , AlCl_3 , WCl_6 , SiCl_4 oder FeCl_3 zugegeben. In der DE-PS 2 554 788 wird vorgeschlagen, TiO_2 , V_2O_5 , CuO oder MnO_2 als Katalysatoren einzusetzen, um eine Verkürzung der Reaktionszeit zu erreichen.

Im Hinblick auf die Verwendungsmöglichkeit der vorgeschlagenen Lösungen sind folgende Nachteile feststellbar:

Der Einsatz der genannten sauren Salze ruft Verfärbungen im Endprodukt hervor.

Es stellt sich ebenfalls ein erniedrigtes Molekulargewicht ein, wodurch das Einsatzgebiet der daraus hergestellten Fäden eingeschränkt wird.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Verhinderung von Verfärbungen bei gleichzeitiger Erhöhung der Viskosität und des Weißgrades.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyamid zu schaffen, bei dem durch den Einsatz einer bestimmten Katalysatorkombination der Polykondensationsverlauf gezielt beeinflußt wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyamid gelöst, bei dem den Ausgangsstoffen ein aus mehreren Komponenten bestehendes Katalysatorsystem zugesetzt und anschließend die Polykondensation durchgeführt wird, welches dadurch charakterisiert ist, daß ein aus 15 Teilen Calciumcarbonat, 4 bis 5 Teilen Bariumsulfat und 0,2 bis 0,5 Teilen Titandioxid bestehendes Katalysatorsystem mit einem 20 bis 25%igen Kieselegestergemisch, bezogen auf den Katalysatoransatz, beschichtet wird.

Das erfindungsgemäße Katalysatorsystem wird gemeinsam mit den Ausgangsstoffen bei einer Temperatur von 250 bis 260°C polykondensiert.

Überraschend wurde gefunden, daß sich durch die erfindungsgemäße Lösung bei Einhaltung üblicher Polykondensationszeiten eine hohe Viskosität und gleichzeitig ein verbesserter Weißgrad im Polyamid einstellen.

Verfärbungen des Produktes treten ebenfalls nicht auf. Zweckmäßig ist es, das Calciumcarbonat in gefällter Form einzusetzen.

Die erfindungsgemäßen Katalysatorkomponenten Calciumcarbonat, Bariumsulfat und Titandioxid werden einer Lösung aus Kieselegester, Ethanol und Wasser zugemischt und die Beschichtung vollzogen. Der auf diese Weise hergestellte Katalysatorzusatz erweist sich als besonders lagerstabil und ist über Monate haltbar.

Die erfindungsgemäße Konzentration der Katalysatorkombination ist unbedingt einzuhalten, da Abweichungen eine Verschlechterung der Viskosität zur Folge haben.

Das Katalysatorgemisch wird den Ausgangsstoffen in einer Konzentration von 2 bis 10% zugesetzt und die Polykondensation auf übliche Weise bei der erfindungsgemäßen Polykondensationstemperatur durchgeführt.

Bei Einsatz des erfindungsgemäßen Katalysatorsystems und höheren Polykondensationstemperaturen, wie beispielsweise 270 oder 280°C werden nur relative Lösungsviskositäten zwischen 2,2 und 2,5 erreicht.

Der sich bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens gleichzeitig einstellende erhöhte Weißgrad des

Endproduktes resultiert offensichtlich aus einem Zusammenwirken des Katalysatorsystems und der Beschichtungssubstanz.

Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Polyamid weist eine auf 2,8 bis 3,0 erhöhte relative Lösungsviskosität auf, während das ohne dem erfindungsgemäßen Katalysatorsystem bei Temperaturen von 250–260°C eingestellte Polyamid nur eine relative Lösungsviskosität von 2,1 bis 2,4 aufweist.

Die aus dem erhaltenen Polyamid hergestellten Endlosfäden lassen sich für ein breites Einsatzgebiet verwenden. Gegenüber den bekannten Lösungen weist die erfindungsgemäße Lösung folgende Vorteile auf:

Das erfindungsgemäße Verfahren ist energieökonomisch günstig.

Es führt zu einem qualitativ verbesserten Endprodukt, das eine erhöhte Viskosität und einen verbesserten Weißgrad aufweist.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Beispiel 1

Zu einer Mischung aus 50ml Ethanol, 10ml Wasser und 4ml Kieselsäureethylester werden unter Rühren 15g gefälltes Calciumcarbonat, 5g gefälltes Bariumsulfat und 0,25g Titandioxid eingemischt. Nach Zusatz von 4ml einer 25%igen Ammoniak-Lösung wird 4 Stunden unter Rückfluß der Lösungsmittelmischung erwärmt.

Nach Beendigung des Beschichtungsprozesses wird das Lösungsmittel abgedampft und der Katalysator als weißes, lagerstabiles Produkt erhalten.

Der hergestellte Katalysator wird den Ausgangsstoffen in einer Menge von 3%, bezogen auf den Gesamtansatz, zugesetzt und die Polykondensation bei 255°C durchgeführt.

Das nach 7stündiger Polykondensationszeit erhaltene Produkt zeigte keinerlei Verfärbungen. Die relative Lösungsviskosität, gemessen als 1%ige Lösung in 95,6%iger Schwefelsäure bei 20°C, hatte einen Wert von 3,05. Der Weißgrad war um 5% erhöht.