



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.I.1968 (P 124 854)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5. V. 1972

Kl. 29b, 3/65

MKP D01f 7/04

UKD

Współtwórcy wynalazku: Władysław Klimek, Zbigniew Płonka, Janina Żurakowska-Orszagh

Właściciel patentu: Zakłady Włókien Sztucznych „Stilon”, Gorzów Wielkopolski (Polska)

Sposób wytwarzania włókien polikaproamidowych uodpornionych na działanie promieniowania jonizującego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania włókien polikaproamidowych uodpornionych na działanie promieniowania jonizującego, głównie promieniowania gamma.

Ogólnie wiadomym było, że we włóknach polikaproamidowych napromieniowanych przy dostępie tlenu dawkami promieniowania gamma większymi od wartości 1 Mrada przebiegają procesy degradacji makrocząsteczek polimeru. Procesy degradacji poliamidu 6 prowadzą w konsekwencji do zmniejszenia wytrzymałości włókien polikaproamidowych i pogorszenia ich cech użytkowych.

W celu zwiększenia odporności na działanie promieniowania jonizującego włókien i przedz poliamidowych proponowano dotychczas dodawanie do poliamidowej masy włóknotwórczej N,N'-dwi-(β -naftylo-)-p-fenylenodwuaminy w ilości 0,5% w stosunku do masy polimeru włóknotwórczego. Jednakże wymieniony preparat tylko w nieznacznym stopniu zwiększał odporność włókien poliamidowych przed działaniem promieniowania jonizującego.

Obecnie stwierdzono, że znaczną poprawę odporności włókien polikaproamidowych przed działaniem promieniowania jonizującego w obecności tlenu można uzyskać dodając do masy włóknotwórczej synergiczną kompozycję inhibitorów, z których: jeden składnik (A) jest N,N'-podstawioną pochodną p-fenylenodwuaminy o wzorze 1, gdzie R₁ i R₂ są to jednakowe lub różne podstawniki alifatyczne, cykloalifatyczne lub aromatyczne,

2

a w szczególności grupy metylowe, cykloheksylowe, fenyłowe lub β -naftyłowe, zaś drugi składnik (B) jest akrydanem lub jego pochodną o ogólnym wzorze 2, gdzie R₁ i R₂ są to jednakowe lub różne podstawniki alifatyczne, cykloalifatyczne lub aromatyczne, w szczególności grupy metylowe lub fenyłowe. Sumaryczna zawartość inhibitorów dodawanych do masy włóknotwórczej wynosi od 0,05% do 3% wagowych (najlepiej 0,5%—3%) w przeliczeniu na ilość monomeru (ekaprolaktamu) użytego do polimeryzacji.

Zawartość składnika pierwszego (pochodnej p-fenylenodwuaminy) w stosunku do drugiego (pochodna akrydanu) może zmieniać się w mieszaninie w granicach 50%—80% wagowych. Mieszaninę inhibitorów dodaje się do kaprolaktamowej masy włóknotwórczej przed procesem polimeryzacji lub do stopionego polikaproamidu bezpośrednio przed procesem formowania włókien poliamidowych.

Polikaproamidowe przędze kordowe zawierające dodatki mieszaniny wymienionych inhibitorów nie obniżają swej wytrzymałości początkowej po napromieniowaniu ich dawką 1 Mrada promieniowania gamma, beta i alfa oraz dawką 10¹⁵ nvt promieniowania neutronowego.

Przykład I. Do autoklawu polimeryzacyjnego wprowadza się mieszaninę o składzie: 100 kg kaprolaktamu, 5 l wody destylowanej, 0,7 kg kwasu octowego (w przeliczeniu na 100-procentowy), 0,125 kg N,N'-dwufenylo-p-fenylenodwuaminy i 0,125 kg

9,9-dwumetyloakrydanu. Autoklaw zamyka się, przepłukuje azotem i zawartość podgrzewa się do temperatury 270°C przy ciśnieniu 15 atm. Następnie ciśnienie wewnątrz autoklawu redukuje się i wy-ciska żyłkę polikaproamidu do wody, kraje się ją na cylindrenki i poddaje procesowi ekstrakcji za pomocą gorącej wody.

Krajanekę polimeru suszy się w próżni do zawartości wody około 0,01% i poddaje przedzeniu na włókno kordowe, na przykład Td 840/140 den. Przędzę rozciąga się, kondycjonuje i mierzy się jej wytrzymałość oraz lepkość względną (w 96% kwasie siarkowym). Próbki przędzy napromieniowane w obecności powietrza promieniami gamma, beta lub alfa dawką 1 Mrad nie wykazują zmian lepkości i wytrzymałości wykraczających poza błąd pomiaru, podczas gdy próbki przędzy wytworzonej bez dodatku mieszaniny inhibitorów tak samo napromieniowane wykazują spadek lepkości i wytrzymałości dochodzący do 16%.

Przykład II. Postępuje się jak w przykładzie I, jednak z tą różnicą, że zamiast N,N'-dwufenylo-p-fenylenodwuaminy dodaje się do masy włóknotwórczej N-fenylo-N'-cykloheksylo-p-fenylenodwuaminę w ilości 0,25% wagowych w stosunku do kaprolaktamu użytego do polimeryzacji.

Przykład III. Postępuje się jak w przykładzie I, z tą jednak różnicą, że zamiast 9,9-dwumetyloakrydanu dodaje się do masy włóknotwórczej

akrydan w ilości 0,25% wagowych w stosunku do kaprolaktamu użytego do polimeryzacji.

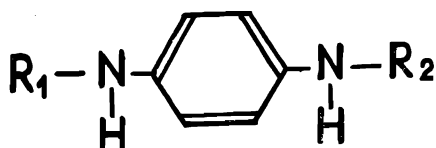
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania włókien polikaproamido-
wch uodpornionych na działanie promieniowania
jonizującego przez dodatek inhibitorów do kapro-
laktamowej masy włóknotwórczej przed procesem
polimeryzacji lub do stopionego polikaproamidu
przed uformowaniem włókna, **znamienny tym**, że
stosuje się dwuskładnikową synergiczną mieszaninę
dwóch inhibitorów: N,N'-podstawionej pochodnej
p-fenylenodwuaminy o wzorze 1, gdzie R₁ i R₂ są
to jednakowe lub różne podstawniki alifatyczne,
cykloalifatyczne lub aromatyczne, w szczególności
grupy metylowe, cykloheksylowe, fenyłowe i β-na-
fityłowe, oraz akrydanu lub jego pochodnej, pod-
stawionej w pozycji 9, o ogólnym wzorze 2, gdzie
R₁ i R₂ są to jednakowe lub różne podstawniki ali-
fatyczne, cykloalifatyczne lub aromatyczne, w szcze-
gólności grupy metylowe lub fenyłowe.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że
sumaryczna ilość mieszaniny inhibitorów dodawa-
nych do masy włóknotwórczej wynosi 0,05%—3,0%
wagowych w przeliczeniu na ilość monomeru uży-
tego do polimeryzacji.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**,
że udział pochodnej p-fenylenodwuaminy w miesza-
ninie inhibitorów może zmieniać się w przedziale
50%—80% wagowych.

Wzór 1



Wzór 2

