

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56983

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.III.1967 (P 119 306)

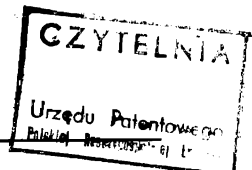
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.III.1969

65,20/12
Kl. 39 ~~10~~

MKP C 08 g 20/12

UKP



Współtwórcy wynalazku: mgr Jan Śmigielski, mgr Andrzej Michalski,
inż. Zbigniew Sprusiński, dr Edward Chod-
kowski, Jan Maćkowiak, inż. Zbigniew Płonka,
mgr inż. Franciszek Grabiński, mgr inż. Ire-
neusz Wilczyński

Właściciel patentu: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych, Łódź
(Polska)

Sposób wytwarzania poliamidu odpornego na działanie światła

1

Przędza poliamidowa pod wpływem działania światła słonecznego ulega procesowi fotostarzenia. Zjawisko to występuje szczególnie wówczas, gdy przędza zawiera dwutlenek tytanu, który jest powszechnie stosowany jako czynnik matujący przędzę. Czułość przędzy na destrukcyjne działanie światła wzrasta wraz ze wzrostem procentowej zawartości dwutlenku tytanu w stosunku do polimeru. Fotostarzenie się przędzy poliamidowej powoduje spadek wytrzymałości na rozierwanie oraz obniżenie procentowego pozostałego wydłużenia.

W celu zmniejszenia ujemnego działania światła na przędzę poliamidową zawierającą dwutlenek tytanu znany i stosowany jest dodatek odpowiednich związków organicznych lub nieorganicznych posiadających zdolność absorbowania promieni świetlnych i transformowania promieni ultrafioletowych w część widma elektromagnetycznego nieszkodliwego dla polimeru. Do najczęściej w tym celu stosowanych związków zaliczyć należy związki zawierające w swej budowie atom ciężkiego metalu, szczególnie manganu w postaci octanu, węglanu, salicylanu, antranilanu lub adypinianu.

Stosowane ilości tych związków (0,01 — 0,02% w przeliczeniu na mangan) nie zabezpieczają włókien poliamidowych przed fotostarzeniem, zwłaszcza gdy są one stosowane w obecności dwutlenku tytanu. Wprowadzenie natomiast do poliamidów większych ilości tych związków powoduje, szczególnie pod

2

wpływem wilgoci z powietrza, niekorzystne zmiany barwy do brunatnej włącznie.

W związku z powyższym zalecane jest w opisie patentowym NRF nr 1063378 i w opisie patentowym USA nr 2985621, wprowadzanie do poliamidów związku manganawego w postaci soli kompleksowej bez obawy zmiany zabarwienia polimeru. Związki kompleksowe sześciometafosforanu sodowego i innych polifosforanów alkalicznych z solami metali ciężkich, znane są dotychczas tylko w roztworach wodnych.

W technice stosuje się zwykle octan, fosforan, pirofosforan, ortofosforan i sześciometafosforan manganawy, przy czym ten ostatni jako rozpuszczalny w wodzie kompleks zawierający nadmiar sześciometafosforanu sodowego. Stosowanie kompleksowego związku sześciometafosforanu manganowego do nasycania granulatu polimeru, powoduje konieczność wprowadzenia dodatkowych operacji w cyklu produkcyjnym, a mianowicie: nasycanie granulatu, odparowanie wody i rozdrabnianie zlepionego granulatu.

Poza tym, związek ten nie zapewnia odpowiedniej trwałości uodpornienia poliamidu na działanie światła, ponieważ posiada on dużą łatwość wymywania się podczas obróbki kąpielą wodną.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania poliamidu odpornego na działanie światła słonecznego przez zastosowanie sześciometafosforanu man-

ganawego w postaci stałej, trudno rozpuszczalnej w wodzie.

Sposobem według wynalazku do monomeru przeznaczonego do polikondensacji dodaje się stały, nierozpuszczalny w wodzie sześciometafosforan manganawy w ilości 0,05—2% w stosunku do monomeru.

Zastosowanie sześciometafosforanu manganawego w postaci stałej nierozpuszczalnej w wodzie eliminuje niekorzystny dla procesu polikondensacji nadmiar wody oraz znacznie przedłuża trwałość uodpornienia przędzy na destrukcyjne działanie światła w warunkach użytkowania. Z uwagi na jego nierozpuszczalność w wodzie nie jest on wymywany podczas prania wyrobów.

W zależności od potrzeb, do monomeru dodaje się również dwutlenek tytanu w ilości do 2% w stosunku do monomeru. Korzystne jest dodawanie obydwu składników w postaci zawiesiny wodnej zawierającej do 20% dwutlenku tytanu i sześciometafosforanu manganawego. Dalej proces prowadzi się znanymi sposobami. Otrzymany granulaty przerabia się na przędzę metodą stopową.

Sposób według wynalazku stosuje się do poliamidów wytwarzanych z kaprolaktamu i innych lak-tamów; soli sześciometylenodwuaminy i kwasu ady-pinowego; albo innych dwuamin i kwasów dwukar-boksylowych, lub ich soli; kwasu 11-aminoundecy-lowego lub innych aminokwasów ulegających poli-kondensacji do poliamidów.

Przykład. Do 8-litrowego autoklawu wpro-wadza się:

4000 g kaprolaktamu

200 g wody

5 g kwasu octowego lodowatego

14 g dwutlenku tytanu

20 g stałego sześciometafosforanu manganawego

20 g wybielacza optycznego

W ciągu 0,5 — 1 godziny doprowadza się zawar-tość autoklawu do temperatury 250° C i do ciśnie-

nia 15 atmosfer, po czym w okresie 2,5 godziny od-puszcza się parę utrzymując nadal temperaturę 250° C.

Po uzyskaniu w autoklawie ciśnienia atmosferycz-nego przepuszcza się nad lustrem masy polimery-zacyjnej gaz obojętny, najlepiej azot i w czasie 3 godzin obniża się temperaturę masy polimeryza-cyjnej z szybkością 3° C/godz., tak aby po zakończe-niu ochładzania uzyskać temperaturę 240° C. Na-stępnie utworzony polymer wytłacza się z autokla-wu w postaci strumienia, który zestala się w wodzie na żyłkę. Uzyskaną żyłkę tną się na regulowane granulki posiadające lepkość względną około 2,35 w roztworze kwasu siarkowego.

Po usunięciu z granulatu monomeru i oligomerów poprzez ługowanie wodą granulaty poddaje się su-szeniu do uzyskania 0,03% zawartości wilgoci. Z tak otrzymanego granulatu formuje się przędzę poli-amidową. Odporność przędzy poliamidowej na światło określono spadkiem wytrzymałości na zry-wanie przędzy uprzednio naświetlanej w kseno-teście 150. I tak np. naświetlając przędzę 40/9 głę-boki mat przez okres 144 godzin uzyskano stratę wytrzymałości na zrywanie nie przekraczającą 10%, podczas gdy przędza uzyskana z polymerów bez do-datku stałego sześciometafosforanu manganawego wykazywała po naświetlaniu przez 144 godziny spa-dek wytrzymałości na zrywanie wynoszący około 25%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania poliamidów odpornych na działanie światła przez dodanie do monomeru związku manganawego, **znamienny tym**, że do masy polimeryzacyjnej dodaje się sześciometafosforan manganawy w postaci stałej nierozpuszczalnej w wodzie w ilości 0,05 — 2% wagowych w stosunku do monomeru.