



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 647

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30. 07. 80
(21) PV 5346-80

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³ G 06 G 69/14
C 08 K 5/41

C08G 69/14
C08K 5/41

(40) Zveřejněno 29. 05. 81
(45) Vydáno 15. 10. 84

(75)

Autor vynálezu

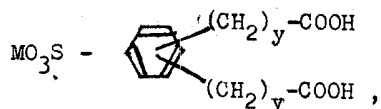
KONDELIKOVÁ JAROSLAVA ing. CSc.,
ŽARNOVIČANOVÁ ZUZANA ing., PRAHA,
KUBÁNEK VLADIMÍR doc. ing. CSc., KRALUPY NAD VLTAVOU
KRÁLÍČEK JAROSLAV prof. ing. DrSc., PRAHA

(54)

Způsob polymerace a kopolymerace laktamů ω -aminokyselin

Vynález se týká způsobu přípravy polyamidů polymerací nebo kopolymerací laktamů ω -aminokyselin obecného vzorce $\text{CO}-(\text{CH}_2)_x-\text{NH}$, kde x je 5 až 11.

Podstatou vynálezu je, že se polymerace nebo kopolymerace vede za přítomnosti iniciátoru, jímž je organická dikyselina obsahující sulfoskupinu, obecného vzorce



kde M je alkalický kov a y je 0 až 5.

Iniciátoru se použije v koncentraci

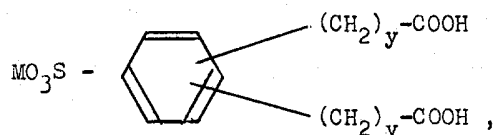
0,1 až 5 mol %.

Vynález je možné použít například při výrobě polyamidových vláken se zlepšenou barvitelností.

Vynález se týká způsobu přípravy polyamidů obsahujících sulfoskupiny polymerací nebo kopolymerací laktamů ω -aminokyselin obecného vzorce $\text{CO}-(\text{CH}_2)_x\text{-NH}$, kde x je 5 až 11.

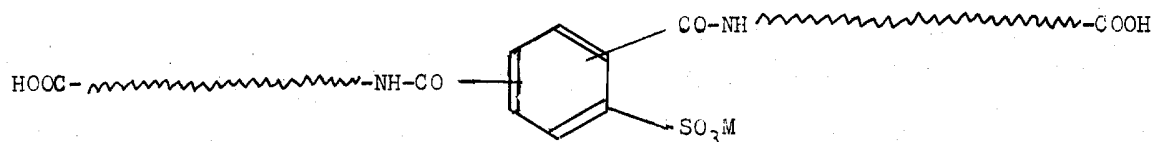
Polyamidy obsahující sulfoskupiny se obvykle připravují polymerací laktamů nebo polykondenzací solí dikyselin s diaminy, v přítomnosti aromatických dikyselin obsahujících na benzenovém jádře vázanou sulfokyselinu nebo její alkalickou a vápenatou sůl, a současně v přítomnosti diaminů. Často se nejprve připraví sůl z diaminu a sulfokyseliny a ta se pak použije ke kopolykondenzaci, například podle japonského pat. č. 76 23320. V japonském pat. č. 78 142499 je chráněna příprava hydrolytického polyamidu 6, kde iniciátorem je voda a kyselina octová, v přítomnosti sodné soli sulfoizoftalové kyseliny.

Vynález řeší způsob přípravy polyamidů obsahujících sulfoskupiny polymerací nebo kopolymerací laktamů obecného vzorce $\text{CO}-(\text{CH}_2)_x\text{-NH}$, kde x je 5 až 11. Podstatou vynálezu je, že se jako iniciátor použije organická dikyselina, obsahující sulfoskupinu obecného vzorce



kde M je alkalický kov a y je 0 až 5, s výhodou sodná sůl kyseliny 5-sulfoizoftalové. Iniciátor se použije v koncentraci 0,1 až 5 mol %. Polymerace je vedena při teplotě 220 až 320 °C.

Vznikající polyamid je terminován karboxylovými skupinami a obsahuje v každém řetězci jednu sulfoskupinu,



Polymerační stupeň je závislý na množství přidaného iniciátoru a klesá s jeho stoupající koncentrací. Vláknotvorný typ polyamidu lze připravit pouze do koncentrací iniciátoru 1 mol %, při vyšší koncentraci iniciátoru vznikají již polymery s nízkou viskozitou. Tyto produkty je však možno použít jako přídavek k vláknotvorným polyamidům před nebo po polymeraci.

Při koncentraci iniciátoru vyšší než 5 mol % nelze již získat zcela homogenní produkty, neboť iniciátor je jen omezeně rozpustný v roztavených laktamech i v polymerující směsi.

Polymerační teplota tohoto procesu, který má charakter kationtové polymerace, je stejná jako při hydrolytickém procesu, tj. 220 až 320 °C, podle druhu použitého laktamu.

Rychlost polymerace je jen o málo nižší než při hydrolytické polymeraci, iniciované obdobnou koncentrací příslušné ω -aminokyseliny.

Způsob přípravy podle vynálezu je blíže popsán v několika následujících příkladech provedení.

Příklad 1

K vysušenému 6-kaprolaktamu (2,9647 g) bylo přidáno 0,0353 g (tj. 0,5 mol %) sodné soli kyseliny 5-sulfoizoftalové a směs polymerována v evakuované zatavené skleněné ampuli při 260 °C. Po 48 hodinách polymerace bylo získáno 75 % polymeru (po extrakci produktu

vodou) o polymeračním stupni 70, rovnovážný polymer o polymeračním stupni 190 byl získán po 75 hodinách polymerace.

Příklad 2

Polymerace byla prováděna jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že k iniciaci bylo použito 2 mol % sodné soli kyseliny 5-sulfoizoftalové. Rovnovážný polymer byl získán po 40 hodinách polymerace při 260 °C. Polymerační stupeň $P = 52$ byl vypočten jednak z viskozimetrického měření, jednak ze stanovení koncových karboxylových skupin a dále ze stanoveného obsahu síry a elementární analýzy.

Příklad 3

Bezvodý 8-oktanlaktam byl polymerován při 250 °C v přítomnosti 5 mol % sodné soli kyseliny 5-sulfoizoftalové, způsobem popsáným v příkladu 1. Rovnovážný polymer (94 %) o polymeračním stupni 28 (viskozimetricky), 25 (z koncových skupin) resp. 30 (z elementární analýzy) byl získán po 8 hodinách polymerace.

Příklad 4

Bezvodý 12-dodekanlaktam byl polymerován při 300 °C v přítomnosti 1 mol % sodné soli kyseliny 5-sulfoizoftalové 12 hodin způsobem popsáným v příkladu 1. Bylo získáno 98 % polymeru o polymeračním stupni 98.

Příklad 5

Eqimolární směs 6-kaprolaktamu a 12-dodekanlaktamu byla polymerována při 260 °C v přítomnosti 2 mol % sodné soli kyseliny 5-sulfoizoftalové po dobu 100 hodin způsobem popsáným v příkladu 1. Kopolymer o vnitřní viskozitě (η) = 0,4 (m-krezol, 25 °C) byl získán ve výtěžku 94 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob polymerace a kopolymerace laktamů α -aminokyselin obecného vzorce $(CO-(CH_2)_x-NH)$, kde x je 5 až 11, vyznačený tím, že se jako iniciátor použije organická dikyselina obsahující sulfoskupinu obecného vzorce,



kde M je alkalický kov a y je 0 až 5, přičemž se polymerace a kopolymerace provádí při teplotách 220 až 320 °C.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se iniciátor použije v koncentraci 0,1 až 5 mol %.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako iniciátor použije sodná sůl kyseliny 5-sulfoizoftalové.