

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningsskrift nr. 119293

Int. Cl. C 08 g 22/04 Kl. 39b⁵-22/04

Patentsøknad nr. 158.044 Inngitt 12.V 1965

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 27.IV 1970

Prioritet begjært fra: 13.V-64 USA,
nr. 367.128

MONSANTO COMPANY,
800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Mo., USA.

Oppfinnere: Nicholas Ronald Congiundi, 406 Roberts Street, Cary,
N.C. og James Hodgson Abbott, Marilyn Circle,
Route 1, Cary, N.C., USA.

Fullmektig: Siv.ing. Erling Quande.

Fremgangsmåte ved fremstilling av fiberdannende polyuret-
hanelastomerer.

Foreliggende oppfinnelse angår en kontinuerlig fremgangs-
måte ved fremstilling av fiberdannende polyurethanelastomerer fra
polymere glycoler og organiske diisocyanater.

Polymerer av denne generelle type har nylig funnet ny an-
vendelse ved fremstilling av elastiske fibre og filamenter. Hittil
har polyurethanelastomerer vært fremstilt ved å tilsette en polymer
glycol og et organisk diisocyanat til en reaktor og intimt blande
reaktantene inntil glycolen er **endeavsluttet med isocyanatradikaler**
under dannelsen av en isocyanatavsluttet forpolymer. Denne forpoly-
mer tas så ut av reaktoren og en ny sats reaktanter innføres deri.

Forpolymerene blir derpå omsatt i en annen reaktor med et kjedeforlengende middel for å danne urethanpolymerer, polymeren tas ut av den annen reaktor og en ny sats forpolymer tilsettes så til den annen reaktor for å omsettes med det kjedeforlengende middel på lignende måte. Som det vil forstås kan denne prosessstype betegnes som "charge"-prosess.

Uttrykket polyurethanelastomerer er her anvendt for å innbefatte elastomere copolymerer av polyurethan, f.eks. elastomere polyurethan-polyurea-copolymerer.

Skjønt polyurethanelastomerer i alminnelighet har vært tilfredsstillende når de fremstilles på denne måte, er en iboende ulempe ved en hvilken som helst chargeprosess mangelen på ensartethet i sluttproduktene. Ensartethet kan kontrolleres effektivt når reaksjonen utføres på kontinuerlig måte, men hittil har det vært meget vanskelig, om ikke umulig, å fremstille polyurethanelastomerer ved en effektiv, praktisk, kontinuerlig fremgangsmåte på grunn av den meget høye viskositet av diisocyanatavsluttede forpolymerer. Denne høyviskøse forpolymer hindrer ikke bare en god blanding, men hindrer også en jevn strømming i et kontinuerlig system. En slik ujevn strømming fører ikke bare til et ujevnt produkt, men er også tilbøyelig til å bevirke hyppig nedstigning i en kontinuerlig operasjon.

Det er et mål ved foreliggende oppfinnelse å skaffe en ny, kontinuerlig prosess for fremstilling av fiberdannende polyurethanelastomerer i et effektivt og økonomisk praktisk system.

Ifølge oppfinnelsen fremstilles fiberdannende polyurethanelastomerer ved en fremgangsmåte ved hvilken en polymer glycol innføres kontinuerlig med en forutbestemt, regulert hastighet i en reaksjonssone, et organisk diisocyanat innføres kontinuerlig med en forutbestemt, regulert hastighet i denne reaksjonssone, der kontinuerlig innføres i reaksjonssonen et oppløsningsmiddel som er et oppløsningsmiddel for og ikke-reaktivt overfor glycolen, diisocyanatet og forpolymerproduktet dannet ved reaksjon av disse, der i reaksjonssonen opprettholdes en praktisk talt fuktighetsfri og fortrinnsvis gassfri atmosfære, og den dannede forpolymer konti-

nuerlig taes ut av rekasjonssonen og kontinuerlig føres inn i en polymerisasjonssone, karakterisert ved at der kontinuerlig innføres et kjedeforlengende middel i polymerisasjonssonen med en forutbestemt, regulert hastighet, og at innholdet av polymerisasjonssonen blandes intimt og fiberdannende polyurethanelastomer kontinuerlig taes ut av polymerisasjonssonen. Urethanpolymeren kan lagres eller kontinuerlig føres til et egnet apparat hvori polymeren formes til filamenter.

Frengangsmåten ifølge oppfinnelsen skal nu beskrives mere fullstendig under henvisning til vedlagte prosessdiagram. Polymerglycol, som kan være oppløst i et passende oppløsningsmiddel, føres fra kilden 1 gjennom ledningen 3 og målepumpen 5 til en reaktor 7. Samtidig, og i praktisk talt støkiometriske mengder mates diisocyanat, som også kan være oppløst i et egnet oppløsningsmiddel, fra kilden 2 gjennom ledningen 4 og målepumpen 6 til reaktoren 7. Skjønt oppløsningsmidlet kan tilsettes som en særskilt matestrøm fra en særskilt kilde (ikke vist) har det vist seg mere effektivt å mate den ene eller begge av reaktantene oppløst i oppløsningsmidlet. I noen tilfeller har det vist seg ønskelig å anvende omrøring i reaktoren for å danne forpolymeren, i hvilket tilfelle reaktoren 7 er forsynt med en rører 8 som drives av en motor 9. Reaktorkonstruksjonen må velges slik at man eliminerer muligheten for nærvær av fuktighet, luft og fortrinnsvis inerte gasser. Dette har vist seg nødvendig da luft og fuktighet bevirker dannelsen av forurensninger og deres nærvær må unngås. Dekning med inert gass som vanligvis anvendes for å utelukke fuktighet og luft fra rekasjonssonen har vist seg å fremme dannelsen av polymere skinn på væskeoverflaten. Da operasjonstiden ved en kontinuerlig polymerisasjon er lang, vil en hvilken som helst dannelsen av en forurensning, skjönt den dannes med liten hastighet, bevirke en for tidlig nedstengning av prosessen og må unngås. På prosessdiagrammet er reaktoren 7 skjematisk illustrert med påmatning ved bunnen gjennom ledningene 3 og 4 og den dannede forpolymer ledes av fra toppen gjennom ledningen 10. En slik konstruksjon har vist seg å være egnet for formålet ved foreliggende oppfinnelse, da ved anvendelse av en reaktor av denne konstruksjon føres ikke forpolymeren ut før reaktoren er fullstendig fylt av de innkommende reaktanter og forpolymeren

dannet av disse. Muligheten for å ha andre substanser tilstede er således utelukket. Andre konstruksjoner kan imidlertid anvendes så lenge som nærvær av fuktighet, luft og fortrinnsvis inerte gasser unngås.

Forpolymeren dannet i reaktoren 7 føres gjennom ledningen 10 og målepumpen 11 til en polymerisator 14, samtidig med en avmålt mengde av et kjedeforlengende middel fra kilden 12 gjennom ledningen 15 og målepumpen 13. Polymerisatoren 14 er forsynt med en rører 18 drevet av motoren 19. Polyurethanproduktet trekkes av fra ledningen 20 og kan føres til lagertanken 21 eller kan føres direkte til et egnet apparat (ikke vist) for fremstilling av polyurethanfilamenter.

Det har dessuten vist seg særlig ønskelig ytterligere å kontrollere jevnheten av produktet ved å regulere påmatningshastigheten til polymerisatoren 14 for å kompensere for mindre variasjoner som skyldes litt variable betingelser som kan inntre i reaktoren 7. I overensstemmelse med dette trekk av oppfinnelsen varieres innførselshastigheten av enten forpolymeren eller det kjedeforlengende middel til polymerisatoren etter målte viskositetsforandringer av materialet i polymerisatoren. Polymerisatoren 14 kan således være utstyrt med en viskositetsmålede anordning 16 som kan være konstruert på en slik måte at den gir et signal som kan forsterkes og sendes gjennom ledningen 17 til målepumpen 11 eller målepumpen 13 for å regulere operasjonen av disse. Når der anvendes et system av denne type vil variasjoner i mengden av forpolymer eller kjedeforlengende middel automatisk inntre som svar på viskositetsforandringer slik at man får et mere jevnt polymerprodukt.

Fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse er ikke begrenset til noen spesielle reaktanter. Tvert imot er et av de fordelaktige trekk ved oppfinnelsen at prosessen kan anvendes ved fremstilling av polyurethanelastomerer fra hvilke som helst konvensjonelle utgangsmaterialer, f.eks. dem som er angitt i U.S. patent nr. 3.115.384. Foreliggende fremgangsmåte går således ut på anvendelsen av polyetherglycoler, såsom polyalkylenetherglycoler, polyalkylenarylenetherglycoler, polyalkylen- eller thioetherglycoler og polyesterglycoler, innbefattende polyesterglycoler avledet av capro -

lactoner. Denne samme generalisering med hensyn til det brede område av utgangsmaterialer kan også gjøres gjeldende med hensyn til de organiske diisocyanater som anvendes ved foreliggende fremgangsmåte for omsetning med de polymere glycoler. Foreliggende fremgangsmåte er ikke begrenset til noen spesiell type av diisocyanat, tvert imot kan et hvilket som helst av de tallrike diisocyanater som er kjent i faget, anvendes ved foreliggende fremgangsmåte. Disse er for vel kjent i faget til å kreve gjentakelse her, se f.eks. U.S. Patent nr. 2.871.227 og ovennevnte U.S. Patent nr. 3.115.384. I kommersiell praksis har det vist seg at det foretrukne diisocyanat er 4,4'-difenylmethandiisocyanat.

De kjedeforlengende midler er også vel kjent i faget som forbindelser som har ikke mere enn 2 atomer som har tilgjengelige aktive hydrogenatomer. Uttrykket "aktive hydrogenatomer" refererer seg til hydrogenatomer som, på grunn av sin stilling i molekylet, oppviser aktivitet i henhold til Zerewitinoff-testen som beskrevet av Kohler i J. Am. Chem. Soc. 49, 3181 (1927). Det er heller ikke nødvendig her å gjenta alle anvendbare kjedeforlengende midler. Se f.eks. ovennevnte U.S. patenter. Foretrukne kjedeforlengende midler er 1,3-benzen-bis-(methylamin), ethylendiamin, propandiamin og hydrazin.

Som tidligere angitt har det vist seg at ved å omsette den polymere glycol og det organiske diisocyanat i en oppløsning kan fremgangsmåten utføres på en kontinuerlig måte, da viskositeten i systemet på dette trinn av fremgangsmåten på denne måte er lav nok til å tillate en kontinuerlig prosess og forløpe effektivt. Et hvilket som helst oppløsningsmiddel kan anvendes som er et oppløsningsmiddel for og ikke-reaktivt, under de anvendte reaksjonsbetingelser i prosessen, med glycolen, diisocyanatet og forpolymerproduktet. Illustrerende for egnede oppløsningsmidler er dimethylformamid, dimethylacetamid, dimethylpropionamid, dimethylsulfoxyd og lignende. Ved foreliggende fremgangsmåte er dimethylacetamid og dimethylformamid de foretrukne oppløsningsmidler. Som tidligere nevnt fremstilles der for å oppnå maksimal effektivitet, en oppløsning av den ene eller begge av reaktantene for disse innføres i reaksjonssonen. Mens således oppløsningsmidlet kan mates til reaktoren som en egen strøm, tilsettes vanligvis enten den

polymere glycol til reaktoren i form av en oppløsning, eller det organiske diisocyanat oppløses i et oppløsningsmiddel og denne oppløsning innføres i reaksjonssonen, eller begge reaktantene tilsettes som oppløsninger. Det har vist seg fordelaktig at både glycolen og diisocyanatet tilsettes til reaksjonssonen i form av adskilte oppløsninger.

Temperaturen som opprettholdes i reaktoren og polymerisatoren, er ikke kritisk. Vanligvis blir der, når først reaksjonen mellom den polymere glycol og diisocyanatet først har begynt, frigjort tilstrekkelig eksoterm reaksjonsvarme til å opprettholde en kontinuerlig reaksjon. Skjønt temperaturer så høye som 90 til 100°C kan anvendes i forpolymeriseringsreaktoren, har det vist seg at ved disse høye temperaturer er der en stor tilbøyelighet til dannelsen av forurensninger, såsom allofonat og lignende, som bør unngås om mulig. Temperaturen ved forpolymeriseringsreaksjonen holdes således fortrinnsvis mellom ca. 25°C og 40°C. Temperaturen i polymerisatoren kan bekvemt holdes ved omtrent de samme temperaturer.

Trykket som opprettholdes i reaktoren og i polymerisatoren er ikke kritisk og atmosfæretrykk, undertrykk, eller overtrykk kan anvendes. Vanligvis utføres reaksjonen mellom glycolen og diisocyanatet ved atmosfæretrykk. Skjønt reaksjonen mellom forpolymeren og det kjedeforlengende middel på tilfredsstillende vis kan utføres ved atmosfæretrykk, er der i alminnelighet et trykk fra 0,56 til 1,05 kg/cm² overtrykk i polymerisatoren som følge av prosessens kontinuerlige natur.

Som et ytterligere valgfritt trinn som kan tas for å beskytte mot dannelsen av gel ved foreliggende fremgangsmåte, er å tilsette en liten mengde syre til forpolymeren, eller til glycol- eller diisocyanatreaktantene fra hvilke forpolymeren fremstilles. Denne syretilsetning tjener til å nøytralisere eventuelle reaktive punkter på forpolymeren som ellers kunne reagere med ureagerte isocyanatgrupper og bevirke tverrbinding. Da der i alminnelighet bare er et lite antall reaktive områder, trenges bare en liten mengde syre. I alminnelighet har syre i en mengde på mellom 10 og 500 dpm, beregnet på forpolymeren, vist seg effektiv. Skjønt større mengder syre kan anvendes, har dette vist seg upraktisk da der ikke er noen tilsvarende økning i effektiviteten.

En hvilken som helst syre som tjener til å nøytralisere disse reaktive områder, kan anvendes ved foreliggende fremgangsmåte. Det har vist seg at syre med en ioniseringskonstant større enn ca. $1,1 \times 10^{-5}$ svarer til denne hensikt. Typiske syrer av denne klasse er eddiksyre, propionsyre, smørsyre, valeriansyre, fosforsyre, saltsyre, og lignende syrer. De foretrukne syrer er eddiksyre og fosforsyre.

Hastigheten med hvilken reaktantene mates til reaktoren vil selvsagt være bestemt av den ønskede oppholdstid i reaktoren og det ønskede molforhold mellom reaktantene. I sin tur avhenger oppholdstiden i reaktoren av forskjellige faktorer. Jo høyere reaksjonstemperatur som anvendes, dessto kortere vil den nødvendige reaksjonstid være. Som imidlertid tidligere påpekt bør høyere temperaturer som øker dannelsen av forurensninger, unngås. Reaksjonstiden påvirkes også av anvendelsen av katalysatorer. Ved foreliggende fremgangsmåte kan der også anvendes en hvilken som helst av de kjente katalysatorer som vanligvis anvendes ved reaksjonen mellom den polymere glycol og det organiske diisocyanat. Det har imidlertid vist seg at dibutyltinn-basisk acetat og dibutyltinn-dilaurat er særlig egnet når reaksjonen utføres i oppløsning på grunn av deres stabilitet i oppløsningsmidlet. Ved anvendelse av disse katalysatorer kan en videre reduksjon i mengden av dannelsen av uønskede forurensninger, såsom allofonat, merkes. I alle fall bør forpolymere trekkes av fra reaktoren for noen særlig geldannelse. I alminnelighet er forpolymermaterialer fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte, stabile i flere timer og geléring inntreffer således ikke i reaktoren. Det er imidlertid klart at noen særlig geléring ville ha en uheldig innflytelse på fremgangsmåten kontinuerlige natur og bør unngås. Innenfor rammen av de ovennevnte variable har det vist seg at oppholdstiden i reaktoren kan være hvor som helst mellom 30 minutter og 4 timer. Den mest bekvemme og foretrukne tid er 1 time.

Reaktantene mates inn i reaktoren med en slik hastighet at de gir den ønskede oppholdstid deri og også gir et konstant molforhold mellom dem. Det har vist seg at de beste resultater fåes når molforholdet er praktisk talt stökiometrisk. Det stökiometriske forhold for reaksjonen mellom den polymere glycol og det organiske diisocyanat er 2 mol diisocyanat pr. mol glycol. Ved

"praktisk talt stökiometrisk" menes et forhold mellom 1,9 mol og 2,1 mol diisocyanat pr. mol glycol, dvs. en variasjon på 10% er mulig.

Det er viktig, likegyldig hvilket forhold som anvendes, at påmatningen innføres med en konstant hastighet da en hvilken som helst forandring i påmatningshastigheten vil påvirke jevnheten av sluttproduktet.

Generelt kan det kjedeforlengende middel tilsettes til forpolymeren i en stökiometrisk mengde, dvs. ca. 1 mol kjedeforlengende middel for hvert mol forpolymer. For imidlertid å forhindre tverrbinding, er det nødvendig å anvende tilstrekkelig kjedeforlengende middel til å reagere med alle frie isocyanatgrupper, dvs. minst en kjemisk ekvivalent av diamingrupper til isocyanatgrupper. Grunnene til dette er at frie isocyanatgrupper er i stand til å angripe de dannede ureabindinger og bevirke tverrbinding. Tverrbundne polymerer er usmeltelige og uoppløselige og kan følgelig ikke ekstruderes til filamentstrukturer. Det kjedeforlengende middel tilsettes følgelig i alminnelighet i mengder litt over det stökiometriske. Det vil selvsagt være åpenbart at den nøyaktige mengde av kjedeforlengende middel som tilsettes til forpolymeren vil avhenge av det molforhold som anvendes til reaksjonen mellom den polymere glycol og det organiske diisocyanat, og også av mengden av ureagerte reaktanter som kommer inn i polymerisatoren. Grunnen til dette er at når som helst andre enn de nøyaktige stökiometriske forhold anvendes i den første reaksjon eller når den første reaksjon ikke går til fullstendighet, vil der være et overskudd av en av reaktantene i systemet på det punkt da det kjedeforlengende middel tilsettes. Det er således i alminnelighet ønskelig å koordinere tilsetningshastigheten av det kjedeforlengende middel med hastigheten med hvilken den polymere glycol og det organiske diisocyanat tilsettes til reaktoren slik at praktisk talt et mol, eller litt mere, av kjedeforlengende middel tilsettes til systemet for hvert mol forpolymer som dannes i reaktoren. Det kjedeforlengende middel kan også innføres i form av en oppløsning, og i virkeligheten er det fordelaktig å gjøre dette. Det er i alminnelighet fordelaktig å anvende det samme oppløsningmiddel som det som anvendes i den første reaksjon. Andre oppløsningmidler kan imidlertid anvendes så lenge som de er oppløsningsmidler for og ikke-reaktive overfor

det kjedeforlengende middel og polyurethanpolymeren under de anvendte betingelser.

Ved utførelsen av foreliggende fremgangsmåte har det vist seg at forpolymermaterialet som forlater reaktoren og innføres i polymerisatoren ikke alltid har nøyaktig samme sammensetning. Dette skyldes svakt variable betingelser i reaktoren som er den uunngåelige følge av å arbeide med et kontinuerlig system av denne type. Da et uniformt produkt er et av målene ved anvendelsen av foreliggende fremgangsmåte, har det vist seg nødvendig å variere påmatningshastigheten til polymerisatoren i overensstemmelse med denne forandring i sammensetning av forpolymermateriale som forlater reaktoren, hvilket indikeres av en forandring i viskositeten av innholdet i polymerisatoren. Som tidligere nevnt er et særlig ønskelig trekk ved foreliggende oppfinnelse at en slik situasjon kompenseres ved anvendelse av en viskositetsmåleende anordning som muliggjør opprettholdelsen av en relativt konstant viskositet i polymerisatoren. En slik anordning kan anvendes uavhengig av den virkelige viskositet av innholdet av polymerisatoren. Hvis det f.eks. er ønskelig å frembringe en polymer for anvendelse i en tørrspinningsoperasjon, kreves en høyviskøs polymer, f.eks. 75.000 - 100.000 cp mens hvis polymeren skal våtspinn, kreves en polymer med lav viskositet, f.eks. 20.000 til 30.000 cp. Ved foreliggende fremgangsmåte kan begge typer av polymerer fremstilles med mere uniforme egenskaper ved anvendelsen av ovenstående viskositetsmåleende anordning. Denne anordning er forbundet med polymerisatoren på en slik måte at den kontinuerlig måler viskositeten av polymeroppløsningen deri. Når viskositeten av polymeren forandres i noen særlig grad, gir den viskositetsmåleende anordning en indikasjon på forandringen, og påmatningen til polymerisatoren avpasses slik at der kompenseres for denne forandring. Reguleringen kan være automatisk, i hvilket tilfelle et signal utsendes fra den viskositetsmåleende anordning, dette signal forsterkes og overføres så til målepumpen hvorigjennom forpolymeren føres fra reaktoren til polymerisatoren, eller til målepumpen hvorigjennom det kjedeforlengende middel tilføres til polymerisatoren. Ved å utføre fremgangsmåten med en slik anordning økes jevnheten av sluttproduktet sterkt. Skjønt anordningen kan være konstruert slik at den gir et signal til den ene eller den annen av de innkommende reaktanter, har det vist

seg fordelaktig å regulere påmatningen av forpolymeren som kommer fra reaktoren, og holde påmatningen av kjedeforlengende middel på en konstant forutbestemt hastighet.

Foreliggende fremgangsmåte er lett avpassbar for fremstillingen av polyurethaner inneholdende stabilisatorer eller materingsmidler, såsom titandioxyd. Disse og andre tilsetninger som ønskes, kan innføres i prosessen på et hvilket som helst punkt hvor deres tilsetning er forenlig med systemet.

Eksempel I

I bunnen av en glassreaktor 75 mm i diameter og 150 mm lang, med et volum på ca. 800 ml ble innført en oppløsning av dimethylformamid inneholdende en blanding av 80 deler polyethylenadipat og 20 deler polypropylenadipat i et forhold på ca. 1 vekt-del dimethylformamid til 2 vektdeler glycol. Samtidig ble der til bunnen av reaktoren innført en oppløsning av 1 vekt-del 4,4-difenylmethan og 1 vekt-del dimethylformamid. Påmatningshastigheten for glycoloppløsningen var innstilt på 10,8 g/min og diisocyanatoppløsningen ble tilført med en hastighet av 3,9 g/min. Reaktoren ble omrørt og temperaturen ble holdt på ca. 31°C. Oppholdstiden i reaktoren var ca. 1 time. Forpolymeren ble kontinuerlig ført ut fra toppen av reaktoren og passerte gjennom en målepumpe inn i bunnen av en polymerisator. Polymerisatoren var konstruert på lignende måte som reaktoren. En oppløsning av 1,53 vektdeler 1,3-benzen-bis-(methylamin) i 100 vektdeler dimethylformamid ble samtidig tilført til polymerisatoren med en hastighet på 33,8 g/min. Innholdet av polymerisatoren ble kontinuerlig omrørt og temperaturen ble holdt på ca. 28°C. Viskositeten av polymeren ble kontinuerlig målt ved en viskositetsmålende anordning forbundet med polymerisatoren, og konstruert slik at den reagerte på forandringer i viskositeten ved automatisk å regulere strømmen av forpolymeren som kom fra reaktoren. Polyurethanpolymer ble kontinuerlig ført ut av polymerisatoren og ført inn i en lagertank. Senere ble polyurethanpolymeren spunnet til et 300 denier garn som hadde en strekkfasthet på 0,5 g/den og en forlengelse på 530%.

Eksempel II

Fremgangsmåten i Eksempel I ble gjentatt med den forandring at 1,3-propandiamin ble anvendt istedenfor 1,3-benzenbis-(methylamin). Dette forlengelsesmiddel ble tilsatt i en oppløsning av dimethylformamid inneholdende 0,87 vektdeler diamin pr. 100 vektdeler dimethylformamid. Diaminet ble matet til polymerisatoren med en hastighet på 25,6 g/min. Garn spunnet fra denne polymer hadde en strekkfasthet på 0,62 g/den og en forlengelse på 600%.

Eksempel III

Fremgangsmåten i Eksempel I ble gjentatt med den forandring at den anvendte polymere glycol var en copolymer fremstilt fra 80 vektdeler epsilon-caprolacton og 20 vektdeler epsilon-methyl-epsilon-caprolacton under anvendelse av diethylen-glycol som initiator, i dimethylformamid. Glycolen ble tilmatet med en hastighet på 9,54 g/min og diisocyanatet ble tilmatet med en hastighet på 3,25 g/min. Garn spunnet fra denne polymer hadde en strekkfasthet på 0,556 g/den og en forlengelse på 515%.

Eksempel IV

Fremgangsmåten i Eksempel I ble gjentatt med den forandring at dimethylformamidoppløsningemidlet ble erstattet med dimethylacetamid. Mengden av oppløsningsmiddel var det samme for glycoloppløsningen, diisocyanatoppløsningen og diaminoppløsningen. Garn spunnet fra denne polymer var meget likt garnet erholdt i Eksempel I.

Eksempel V

Fremgangsmåten i eksempel I ble gjentatt med følgende forandringer: Diisocyanatoppløsningen inneholdt 0,005 deler av en 1%-ig oppløsning av fosforsyre (hvilket svarer til ca. 10 dpm, beregnet på forpolymervekten). Påmatningshastighetene ble fastsatt til 9,65 g/min for glycol og 3,74 g/min for diisocyanat og reaktortemperaturen ble holdt ved ca. 35°C. Forlengelsesmidlet anvendt i dette eksempel var en oppløsning av 0,86 vektdeler 1,3-diamino-

119293

propan i 100 deler dimethylformamid, og den ble matet til polymerisatoren med en hastighet på 28,6 g/min. Polymerisatoren ble holdt ved ca. 30°C. Et 380 denier garn spunnet fra denne polymer hadde en strekkfasthet på 0,62 g/den og en forlengelse på 600%.

P a t e n t k r a v

Fremgangsmåte ved fremstilling av fiberdannende polyurethan-elastomerer ved hvilken en polymer glycol innføres kontinuerlig med en forutbestemt, regulert hastighet i en reaksjonssone, et organisk diisocyanat innføres kontinuerlig med en forutbestemt, regulert hastighet i denne reaksjonssone, der kontinuerlig innføres i reaksjonssonen et oppløsningsmiddel som er et oppløsningsmiddel for og ikke-reaktivt overfor glycolen, diisocyanatet og forpolymerproduktet dannet ved reaksjon av disse, der i reaksjonssonen opprettholdes en praktisk talt fuktighetsfri og fortrinnsvis gassfri atmosfære, og den dannede forpolymer kontinuerlig taes ut av reaksjonssonen og kontinuerlig føres inn i en polymerisasjonssone, k a r a k t e r i s e r t v e d at der kontinuerlig innføres et kjedeforlengende middel i polymerisasjonssonen med en forutbestemt, regulert hastighet, og at innholdet av polymerisasjonssonen blandes intimt og fiberdannende polyurethanelastomer kontinuerlig taes ut av polymerisasjonssonen.

Anførte publikasjoner:

Britisk patent nr. 839.183

Dansk patent nr. 68.968

Fransk patent nr. 961.756, 1.074.713 + tillegg nr. 71.993

Svensk utl. skrift nr. 166.479

U.S. patent nr. 2.755.266, 3.111.369

119293

