

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 101705

Patent dodatkowy
do patentu _____

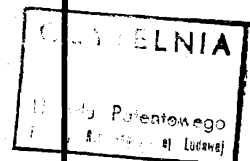
Zgłoszono: 20.03.76 (P.188117)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.02.77

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1979

Int. Cl.². C08L 23/26
C08L 23/36



Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Montefibre S.p.A.,
Mediolar (Włochy)

Stabilizowana mieszanka polimerowa na bazie poliolefin

Przedmiotem wynalazku jest stabilizowana mieszanka polimerowa na bazie poliolefin.

Wynalazek dotyczy mieszanki polimerowej na bazie polimerów α -olefinowych, stabilizowanej przeciw działaniu ciepła, światła i starzenia, oraz wytworzonych z niej włókien, folii, rafii i innych stabilizowanych wyrobów.

Wiadomo, że poliolefiny, a zwłaszcza polipropylen podczas procesów przetwórczych przebiegających w podwyższonej temperaturze, a szczególnie w obecności tlenu atmosferycznego, ulega pewnej degradacji. Wiadomo, też, że gotowe wyroby z poliolefin są wrażliwe na działanie światła, na starzenie i na obróbkę cieplną. Degradacja ta, której ulegają poliolefiny, jest zwykle ograniczona przez dodawanie do polimeru jednej lub więcej substancji ochronnych, które wprowadza się zwłaszcza podczas wytwarzania z tych polimerów włókien, folii lub innych podobnych ukształtowanych wyrobów. Zwykle stosuje się w tym celu niewielkie ilości amin, związków fenolowych, aminofenoli, związków tiazolowych, fosforynów i tiofosforynów, tioestrów, tioeterów, chelatów metali o zmiennej wartościowości, związków cyanoorganicznych, karbaminianów i tiokarbaminianów, oksymów, polichinolin itp., stosowanych pojedynczo lub w odpowiednich wzajemnych mieszaninach. Związki te, a zwłaszcza ich mieszaniny, pozwalają nadawać polimerom z α -olefin trwałość akceptowaną w praktyce, ale daleko niewystarczającą.

Stwierdzono, że poliaminy o ogólnym wzorze 1, w którym R_1 , R_2 , R_3 i R_4 , takie same lub różne, oznaczają rodniki alkilowe zawierające 1–4 atomów węgla, A oznacza rodnik alkilenowy zawierający 2–10 atomów węgla, B oznacza dwuwartościowy rodnik alifatyczny, cykloalifatyczny, aromatyczny lub alkiloaromatyczny, ewentualnie zawierający w łańcuchu lub jako podstawniki boczne heteroatomy takie jak O, S, N i P, a n oznacza liczbę całkowitą 2–1000, wywierają działanie stabilizujące na polimery, zwłaszcza na polimery α -olefin, zarówno w postaci nieukształtowanej jak i w postaci włókien, folii lub innych ukształtowanych wyrobów, przy czym działanie to jest znacznie wyższe, niż działanie innych związków lub mieszanin związków, używanych dotychczas w tym celu.

Spośród poliamin o ogólnym wzorze 1 korzystne są te związki, których lepkość właściwa $[\eta_{wt}]$ wynosi 0,01–1 dl/g lepkość oznacza się w chloroformie w temperaturze 25°C jak opisano dalej w przykładach).

Wymienione poliaminy, wprowadzane do polimeru przed lub podczas jego wytłaczania w ukształtowane wyroby w ilości do 5% wagowych, działają jako stabilizatory przeciwdziałające oddziaływaniu światła, ciepła i starzenia, przy czym ich działanie obejmuje nie tylko na polimery α -olefin lecz także mieszanki oparte na tych polimerach i polikondensatach zawierających zasadowy azot, z których jak wiadomo wytwarza się włókna o zwiększonej zdolności do barwienia. Wspomniane poliaminy nadają się także do stabilizowania mieszanek zawierających zasadniczo poliolefiny, zabarwione dodatkiem pigmentów organicznych i nieorganicznych.

Tak więc wynalazek dotyczy stabilizowanych mieszanek z polimerów, na bazie poliolefin, przez dodanie jako stabilizatora poliaminy o ogólnym wzorze 1.

Ilość poliaminy, dodawanej do poliolefiny nie jest ograniczona, chociaż w praktyce korzystnie dodaje się ją w ilości poniżej 5% wagowych. Ponadto stwierdzono, że bardzo mała ilość poliaminy, rzędu 0,1%, stabilizuje poliolefiny dość skutecznie.

Jako poliolefinę korzystnie stosuje się poliopropylen, składający się zasadniczo z makrocząsteczek izotaktycznych, otrzymany na drodze stereospecyficznego polimeryzacji propyleny. Mieszanka skutecznie zabezpiecza poliolefiny otrzymane z monomerów o wzorze ogólnym $R-CH=CH_2$, w którym R oznacza atom wodoru, grupę alkilową lub aryłową, takie jak polietylen, polibuten-1, polipenten-1, poli-4-metylopenten-1, polistyren itp.

Do korzystnych poliamin o ogólnym wzorze 1 należą te, w których R_5 oznacza atom wodoru, R_1 , R_2 , R_3 i R_4 oznaczają grupy metylowe, A oznacza grupę o wzorze $-(CH_2)_2-$ lub $-(CH_2)_6-$, a B oznacza grupę $-(CH_2)_2-$ grupę o wzorze 4 grupę $-CH_2-CH(OH)-CH_2-N(R_6)-CH_2-CH(OH)-CH_2-$, $-CH_2-CH(OH)-CH_2-$, grupę $CH_2CH_2-O-CH_2-CH_2-$ lub grupę o wzorze 5, w którym R_6 oznacza rodnik alkilowy zawierający 1–18 atomów węgla.

Przykładowymi poliaminami o ogólnym wzorze 1, stosowanymi z dobrymi wynikami do stabilizacji mieszanek poliolefin według wynalazku są poliaminy, zawierające powtarzalne elementy o ogólnym wzorze 6, 7 lub 8, w których p oznacza liczbę całkowitą 2–10, a R_6 ma poprzednio podane znaczenie.

Poliaminy o ogólnym wzorze 1 otrzymuje się zwykle przez polikondensację dwufunkcyjnych amin o ogólnym wzorze 2 ze związkiem dwufunkcyjnym zawierającym atomy chlorowca i/lub grupy epoksydowe odpowiednie do tworzenia dwuwartościowego rodnika B, np. takim jak dwubromoetan, epichlorohydryna, p-dwuchloroksylen, związki dwuepoksydowe itp.

Polikondensację prowadzi się, poddając reakcji dwufunkcyjny związek aminowy z dwufunkcyjnym dwuchlorowco-, dwuepoksy- lub chlorowcoepoksy związkiem w znany sposób, np. w obecności wodorotlenku metalu alkalicznego, neutralizującego wydzielający się kwas chlorowcowodorowy, w temperaturze wyższej od temperatury pokojowej i w obecności alkoholu jako rozpuszczalnika reakcji. Korzystnie stosuje się oba reagenty w stosunku molowym 1 : 1, chociaż można je także stosować w stosunku molowym 1 : 0,5 – 1 : 2. Aminowy produkt kondensacji jest żywiczny i rozpuszczalny w metanolu.

Związek o ogólnym wzorze 2 otrzymuje się, poddając reakcji alifatyczną dwuaminę o wzorze $H_2N-A-NH_2$ z 2,2,6,6-czterookilopodstawionym piperidonem-4 i H_2 w obecności katalizatora uwodarniania, takiego jak platyna, według reakcji przedstawionej na schemacie.

Poliaminę o ogólnym wzorze 1 stosuje się samą lub w mieszaninie z innymi znanymi stabilizatorami, takimi jak oksybenzotriazole, oksybenzofenony, stabilizatora zawierające Ni, mydła metali, antyutleniacze fenolowe, fosforany, tioetery i inne.

Przykładowa mieszanka z poliolefiny stabilizowana mieszaniną stabilizatorów składa się z poliolefiny, poliaminy o ogólnym wzorze 1 w ilości 0,1–5% fosforynu o ogólnym wzorze 9, w którym X oznacza atom tlenu lub siarki, a R_7 , R_8 i R_9 , takie same lub różne, oznaczają rodnik alkilowy, aryłowy lub alkilowoaryłowy, ewentualnie podstawione różnymi grupami funkcyjnymi, zwłaszcza $-OH$, w ilości 0,05–2%, antyutleniacza fenolowego o ogólnym wzorze 10, w którym R_{10} i R_{12} , takie same lub różne, oznaczają rodnik alkilowy zawierające 1–12 atomów węgla, a R_{11} oznacza rodnik jedno lub wielowartościowy, taki jak rodnik alkilowy, aryłowy, alkilowoaryłowy lub cykloalkilowy, które mogą zawierać heteroatomy i mydła metalu, takiego jak stearyniany Ca, Zn, Mg, itp.

Wprowadzenie poliaminy o ogólnym wzorze 1 lub mieszaniny zawierającej tą poliaminą do poliolefiny odbywa się zwykle przez proste wzmieszanie sproszkowanych dodatków do poliolefiny w warunkach mieszania.

Poliaminy można jednak wprowadzać również innymi sposobami, takimi jak np. mieszanie poliolefin z roztworem stabilizatorów w odpowiednim mieszalniku z następnym odparowaniem rozpuszczalnika lub dodawanie stabilizatorów do poliolefin przykońcu polimeryzacji. Ponadto można uzyskać działanie stabilizujące przez nakładanie stabilizowanego związku lub mieszaniny na gotowy wyrób, np. przez jego zawieszenie w roztworze lub dyspersji stabilizatorów i odparowanie rozpuszczalnika.

Stabilizatory stosowane w mieszanekach według wynalazku odznaczają się dobrą mieszalnością z poliolefinami w stanie stopionym i nie mają właściwości paliących.

Mieszanki granulują się i wytłacza na urządzeniach do przedzenia ze stopu, korzystnie przez dysze przedzalnicze o stosunku długości do średnicy większym niż 1.

Granulowanie i przedzenie prowadzi się bez obecności tlenu, korzystnie w atmosferze obojętnego gazu (azotu).

Podczas operacji mieszania do poliolefin oprócz stabilizatorów według wynalazku można wprowadzać także środki matujące oraz organiczne i nieorganiczne pigmenty barwiące.

Włókna otrzymane przez wytłaczanie poddaje się procesowi rozciągania przy stosunku rozciągania 2–10, w temperaturze 80–150°C, na urządzeniu rozciągającym ogrzewanym gorącym powietrzem, parą lub podobnym płynem albo wyposażonym w płyty grzejne.

Rozciągnięte włókna poddaje się w temperaturze 80–160°C obróbce stabilizującej wymiary przy swobodnym lub regulowanym skurczu. Włókna wytwarzane przez wytłaczanie z zastosowaniem mieszanek według wynalazku składają się z pojedynczego włókna lub z wielu włókien elementarnych i są używane do wytwarzania ciągłych nici, żyłek lub do wytwarzania przędzy teksturowanej lub o swobodnym układzie włókien.

Oprócz wytwarzania przędzy, mieszanki według wynalazku stosuje się do wytwarzania folii, rafii, taśm, ukształtowanych wyrobów itp.

Do wynalazku można wprowadzić wiele zmian i odmian, jednak bez wykroczenia poza jego zakres.

Wynalazek jest bliżej przedstawiony w poniższych przykładach wykonania, które jednak nie ograniczają jego zakresu.

Przykład I. Wytwarzanie N,N'-dwu(2,2,6,6-czterometylopiperidole-4)-etylenodwuaminy. W autoklawie o pojemności 1 litra umieszcza się 162,75 g (1,05 mola) 2,2,6,6-czterometylopiperidonu-4-rozpuszczonego w 200 ml metanolu, 30 g (0,5 mola) etylenodwuaminy rozpuszczonej w 40 ml metanolu i 0,5 g Pt osadzonej w ilości 10% na węglu, po czym zawartość autoklawu poddaje się uwodornieniu w ciągu 2 godzin w temperaturze 80°C i pod ciśnieniem 50 atm. Po usunięciu katalizatora i rozpuszczalnika pozostałość destyluje się, otrzymując 155,5 g (92%) produktu o temperaturze wrzenia 150–151°C (0,1 mm Hg, temperaturze topnienia 80–81°C i o zawartości azotu 16,51% (obliczone dla $C_{29}H_{42}N_4$ – 16,56%).

Wytwarzanie poliaminy. Do roztworu 33,8 g (0,1 mola) N,N'-dwu(2,2,6,6-czterometylopiperidole-4)-etylenodwuaminy w 50 ml metanolu dodaje się 9,25 g (0,1 mola) epichlorohydryny i całość ogrzewa się w ciągu 10 godzin w warunkach wrzenia pod chłodnicą zwrotną, dodając w ciągu ostatnich 8 godzin ogrzewania w niewielkich, równomiernych porcjach, 4 g (0,1 mola) wodorotlenku sodu w tabletkach. Po zakończeniu dodawania NaOH mieszaninę ogrzewa się w ciągu 2 godzin w warunkach wrzenia pod chłodnicą zwrotną i sący, oddzielając chlorek sodu powstały podczas reakcji. Przesącz suszy się usuwając metanol, najpierw pod ciśnieniem atmosferycznym w temperaturze 70–100°C, a następnie ogrzewając go w ciągu 4 godzin w temperaturze 120°C pod ciśnieniem 1 mm Hg. Otrzymuje się 39 g kruchego produktu przypominającego żywicę o jasnożółtym zabarwieniu, lepkości właściwej 0,14 dl/g i zawartości azotu 13,6. Lepkość właściwą oznacza się w temperaturze $25 \pm 1^\circ\text{C}$ w 0,5% roztworze w chloroformie, używając wiskozymetru Desreux-Bischoffa. Postępuje się następująco. Próbkę o ciężarze 0,1 g rozpuszcza się w ciągu 30 minut, ciągle mieszając, w 20 ml rozpuszczalnika. Otrzymany roztwór wprowadza się do wiskozymetru i mierzy czas przepływu roztworu (t_s) i czystego rozpuszczalnika (t_0). Ze stosunku t_s/t_0 otrzymuje się wartość lepkości względnej (η_{wzgl}), z której oblicza się lepkość właściwą ($\eta_{wł}$) według równania:

$$\eta_{wł} = \frac{\ln \eta_{wzgl}}{C}$$

w którym C oznacza stężenie wyrażone w g/100 ml rozpuszczalnika.

Badanie działania stabilizującego.

Próba 1. w 100 ml metanolu rozpuszcza się 25 g poliaminy otrzymanej jak opisano poprzednio. Powstały roztwór miesza się z 5 kg polipropylenu o lepkości właściwej 1,65 dl/g, pozostałości po ekstrakcji n-heptanem 96,5% i zawartości popiołu 80 ppm oraz 5 g stearynianu wapnia. Otrzymaną mieszaninę granulują się i wytłacza w temperaturze 180°C w atmosferze beztlenowej, a następnie przędzie w następujących warunkach: temperatura ślimaka – 250°C, temperatura głowicy wytłaczającej – 230°C, temperatura dyszy przedzalniczej – 230°C, maksymalne ciśnienie 35 kg/cm². Używa się dyszy przedzalniczej z 40 otworami o średnicy 0,8 mm i długości 4 mm. Włókna wychodzące z dyszy przedzalniczej odbiera się z prędkością 500 m/min i rozciąga w temperaturze 130°C w atmosferze pary przy stosunku rozciągania 3,3. Otrzymane włókna mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie 2,8 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 85% wytrzymałość po ekspozycji w ciągu 1400 godzin w urządzeniu do badania odporności na działanie wpływów atmosferycznych Weatherometer zawierającym lampę łukową Xenon o mocy 6000 W, przy wilgotności względnej $30 \pm 5\%$ i temperaturze czarnej płyty $63 \pm 3^\circ\text{C}$ – 1,8 g/dteks. Dla celów porównawczych podaje się, że wytrzyma-

łość na rozciąganie w przypadku znanych stabilizatorów spada o połowę po okresie ekspozycji wynoszącym 500 godzin.

Próba 2. W 100 ml metanolu rozpuszcza się 25 g wspomnianej poprzednio poliaminy i otrzymany roztwór miesza się z 5 kg polipropylenu o lepkości właściwej 1,65 dl/g, pozostałości po ekstrakcji heptanem wynoszącej 96,5% i zawartości popiołów 80 ppm, 5 g tetrakis 3-(3,5-dwu-III rz. butylo-4-hydroksyfenylo)propionianu pentarytrytu, 12,5 fosforynu trój-n-dodecyłu i 5 g stearynianu wapnia. Mieszaninę stapia się w rurze do prób w ciągu 10 minut w temperaturze 250°C, aż do pojawienia się jasnego zabarwienia. Otrzymaną mieszkankę granuluje się w wyłaczarce granulującej w atmosferze pozbawionej tlenu, w temperaturze 180°C, a następnie przędzie w takich samych warunkach jak w próbie 1. Otrzymane włókna mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie – 2,5 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 90%, wytrzymałość po 1400 godzinach ekspozycji w urządzeniu do badania wpływu warunków atmosferycznych Weathermeter – 2,0 g/dteks.

Przykład II. Wytwarzanie N,N'-dwu(2,2,6,6-czterometylopiperydylo-4)sześciometylenodwuaminy. W autoklawie o pojemności 1 litra umieszcza się 162,75 g (1,05 moli) 2,2,6,6-czterometylopiperydonu-4 rozpuszczonego w 200 ml metanolu, 58 g (0,5 mola) sześciometylenodwuaminy rozpuszczonej w 70 ml metanolu i 0,5 g Pt osadzonej na węglu w ilości 10%, po czym zawartość autoklawu poddaje się uwodornieniu w ciągu 2 godzin, w temperaturze 80°C pod ciśnieniem 50 atm. Po usunięciu katalizatora i rozpuszczalnika pozostałość w autoklawie destyluje się, otrzymując 177 g (90%) produktu o temperaturze wrzenia 180–181°C/01 mg Hg temperaturze topnienia 61–62°C i znalezionej zawartości azotu 14,26% (zawartość obliczona dla C₂₄H₅₀N₄ wynosi 14,21%).

Wytwarzanie poliaminy. Postępując jak opisano w przykładzie I, do roztworu 39,4 g (0,1 mola) N,N'-dwu(2,2,6,6-czterometylopiperydylo-4) sześciometylenodwuaminy w 50 ml metanolu dodaje się 9,25 g (0,1 mola) epichlorohydryny. Otrzymuje się 43 g kruchego żywcowatego, jasnożółtego produktu o lepkości właściwej 0,18 dl/g i zawartości azotu 12,01%.

Badania działania stabilizującego.

Próba 3. 25 g opisanej poprzednio poliaminy, rozpuszczonej w 100 ml metanolu, miesza się z takimi samymi produktami i w takich samych ilościach jak podano w próbie 2. Otrzymaną mieszkankę granuluje się i wyłacza w takich samych warunkach jak opisano w próbie 1. Otrzymane włókna po rozciągnięciu w parze w temperaturze 130°C przy stosunku rozciągania 3,3, mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie – 2,4 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 94%, wytrzymałość po 1400 godzinach ekspozycji w urządzeniu do badania wpływu warunków atmosferycznych Weatherometr – 1,8 g/dteks.

Próba 4. W 100 ml metanolu rozpuszcza się 25 g opisanej poprzednio poliaminy. Tak otrzymany roztwór miesza się z 5 kg polipropylenu o lepkości właściwej 1,65 dl/g, pozostałości po ekstrakcji heptanem wynoszącej 96,5% i zawartości popiołu 80 ppm oraz 5 g stearynianu wapnia. Otrzymaną mieszkankę granuluje się i wyłacza w takich samych warunkach jak opisano w próbie 1. Włókna wychodzące z dyszy przędzalniczej odbiera się z prędkością 500 m/min i rozciąga w atmosferze pary w temperaturze 130°C przy stosunku rozciągania 3,3. Otrzymane włókna mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie – 2,6 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 102%, wytrzymałość po 1400 godzinach ekspozycji w urządzeniu do badania wpływów atmosferycznych Weatherometr – 1,7 g/dteks.

Przykład III. Wytwarzanie poliaminy. Postępuje się jak opisano w przykładzie I z tą różnicą, że używa się 74 g (0,2 moli) N-dwu-2-hydroksy-3-chlorofenylo)-n-dodecyloaminy rozpuszczonej w 100 ml metanolu i 67,6 g (0,2 mola) N,N'-dwu(2,2,6,6-czterometylopiperydylo-4)etylenodwuaminy rozpuszczonej w 120 ml metanolu. Ponadto w ciągu ostatnich 8 godzin ogrzewania dodaje się w małych, regularnych porcjach 16 g (0,4 mola) wodorotlenku sodu w tabletkach. Otrzymuje się 121 g stałego, miękkiego, jasnożółtego produktu o lepkości właściwej 0,15 dl/g i o zawartości azotu 10,45%.

Próba działania stabilizującego. Z poliaminy, otrzymanej jak opisano poprzednio, sporządza się mieszaninę tych samych surowców, w takiej samej ilości jak podano w próbie 2. Mieszkankę granuluje się i przędzie, a otrzymane włókna rozciąga się w taki sposób i w takich samych warunkach jak opisano w próbie 1. Włókna te mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie 2,4 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 100% wytrzymałość na rozciąganie po ekspozycji w ciągu 1400 godzin w przyrządzie do badania działania wpływów atmosferycznych Weatherometer – 1,5 g/dteks.

Przykład IV. Wytwarzanie poliaminy. 3,38 g (0,1 moli) N,N'-dwu(2,2,6,6-czterometylopiperydylo-4)etylenodwuaminy, 34 g (0,1 mola) 2,2-dwu 4(2,3-epoksypropoksyfenylo)-propanu i 100 ml metanolu ogrzewa się w ciągu 8 godzin, w warunkach wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Następnie, ogrzewając całość najpierw pod ciśnieniem atmosferycznym do temperatury 100°C usuwa się rozpuszczalnik, po czym ogrzewanie prowadzi się w ciągu 2 godzin w temperaturze 120°C pod ciśnieniem 1 mm Hg. Otrzymuje się 67 g kruchego, żywcowatego, jasnożółtego produktu o lepkości właściwej 0,21 dl/g i o zawartości azotu 8,18%.

Próba działania stabilizującego. Poliaminę otrzymaną jak opisano wyżej miesza się z takimi samymi

składnikami, użytymi w takiej samej ilości jak opisano w próbie 2. Mieszanke następnie granuluje się i wytłacza, a otrzymane włókna rozciąga się w takich samych warunkach jak wskazano w próbie 1. Włókna te mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość, na rozciąganie – 2,6 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 90% czas ekspozycji w aparacie do badania wpływów atmosferycznych Weatherometer, potrzebny do obniżenia początkowej wytrzymałości na rozciąganie o połowę – 1200 godzin.

Przykład V. Wytwarzanie poliaininy. W warunkach wrzenia pod chłodnicą zwrotną ogrzewa się w ciągu 20 godzin 78,8 g (0,2 mola) N,N'-dwi(2,2,6,6-czterometylopiperydylo-4)-sześciometylenodwuaininy 37,6 g (0,2 mola) 1,2-dwubromoetanu i 130 ml izopropanolu, dodając w ciągu ostatnich szesnastu godzin ogrzewania w małych, regularnych porcjach, 16 g (0,4 mola) NaOH w tabletkach. Po zakończeniu dodawania NaOH mieszaninę ogrzewa się w ciągu dalszych 4 godzin w warunkach wrzenia pod chłodnicą zwrotną, po czym rozcieńcza się ją 150 ml benzenu i sący w celu oddzielenia powstałego bromku sodu. Przesącz odparowuje się do sucha, ogrzewając go najpierw pod ciśnieniem atmosferycznym do temperatury 100°C, a następnie pod zmniejszonym ciśnieniem (w ciągu 2 godzin w temperaturze 120°C pod ciśnieniem 1 mm Hg). Otrzymuje się 80,1 g stałego, kruchego, żywcowatego, jasnożółtego produktu o lepkości właściwej 12 dl/g i o zawartości azotu 12,95%.

Próba działania stabilizującego. Poliaininę otrzymaną jak opisano poprzednio miesza się z tymi samymi substancjami i w tych samych ilościach jak wskazano w próbie 2. Z otrzymanej mieszaniny sporządza się granulaty, który wytłacza się następnie dokładnie w takich samych warunkach jak w próbie 1. Włókna, rozciągnięte w atmosferze pary w temperaturze 130°C przy stosunku rozciągania 3,3, wykazują następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie – 2,5 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 95% wytrzymałość na rozciąganie po ekspozycji w ciągu 1400 godzin w urządzeniu do badania wpływu warunków atmosferycznych Weatherometer – 1,7 g/dteks.

Przykład VI. (porównawczy). Mieszanke sporządzoną jak w próbie 2 lecz nie zawierającą poliaininy granuluje się i wytłacza w takich samych warunkach jak w próbie 1. Otrzymane włókna, rozciągnięte w atmosferze pary w temperaturze 130°C przy stosunku rozciągania 3,3, mają następujące właściwości: numeracja – 17 dteksów, wytrzymałość na rozciąganie – 2,4 g/dteks, wydłużenie przy zerwaniu – 95%, cm ekspozycji w aparacie do badania wpływu warunków atmosferycznych Weatherometer potrzebny do spadku początkowej wytrzymałości o połowę – 150 godzin.

Zastrzeżenia patentowe

1. Stabilizowana mieszanina polimerowa na bazie poliolefin, z n a m i e n n a t y m, że zawiera poliolefinę i jako środek stabilizujący poliaininę o ogólnym wzorze 1, w którym R_1 , R_2 , R_3 i R_4 są takie same lub różne, oznaczają rodniki alkilowe zawierające 1–4 atomów węgla, R_5 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy zawierający 1–4 atomów węgla A, oznacza rodnik alkenylowy zawierający 2–10 atomów węgla, B oznacza dwuwartościowy rodnik alifatyczny, cykloalifatyczny, aromatyczny lub alkiloaromatyczny, ewentualnie zawierający w łańcuchu lub jako podstawniki boczne heteroatomy takie jak O, S, N, i P, a n oznacza liczbę całkowitą 2–1000.

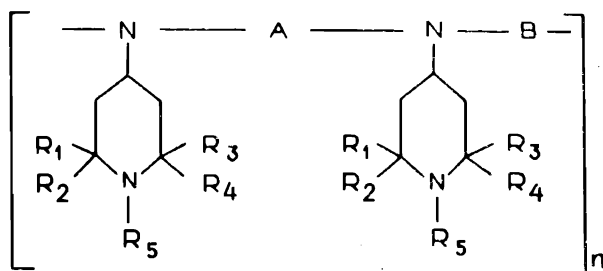
2. Mieszanina według zastrz. 1, z n a m i e n n a t y m, że zawiera poliaininę o ogólnym wzorze 1, o lepkości właściwej 0,01–1 dl/g.

3. Mieszanina według zastrz. 1, z n a m i e n n a t y m, że zawiera poliaininę o ogólnym wzorze 1, w którym R_1 , R_2 , R_3 i R_4 oznaczają każdy rodnik metylowy, a R_5 oznacza atom wodoru.

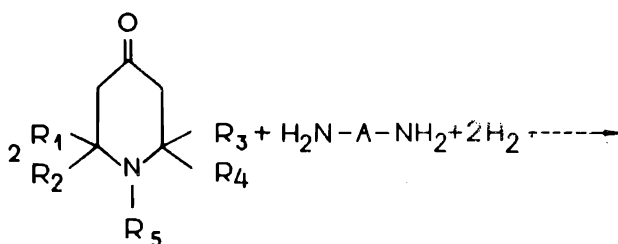
4. Mieszanina według zastrz. 1, albo 2 albo 3, z n a m i e n n a t y m, że zawiera poliaininę o ogólnym wzorze 1 w ilości do 5% wagowych.

5. Mieszanina według zastrz. 4, z n a m i e n n a t y m, że zawiera poliaininę o ogólnym wzorze 1 w ilości 0,1–5% wagowych.

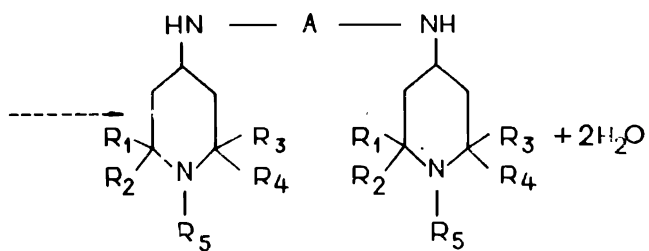
6. Mieszanina według zastrz. 1, albo 2 albo 3 albo 5, z n a m i e n n a t y m, że zawiera poliaininę o ogólnym wzorze 1 wraz z dodatkami innych stabilizatorów takich jak hydroksybenzotiazole, hydroksybenzofenyony, stabilizatory zawierające Ni, mydła metali i antyutleniające takie jak antyutleniające fenolowe, fosforynowe i tioestrowe.



Wzór 1

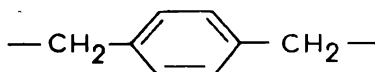


Wzór 3

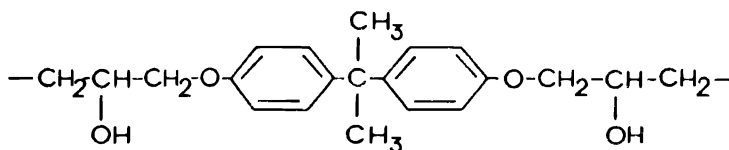


Wzór 2

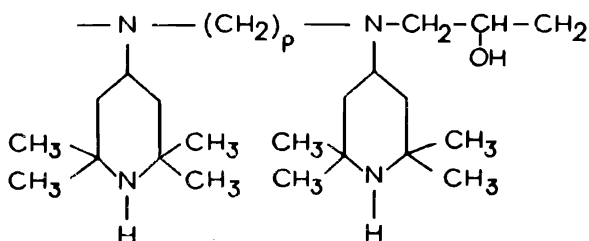
Schemat



Wzór 4



Wzór 5



Wzór 6

