

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

245540
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 103/127
C 07 C 103/133

(22) Prihlášené 24 01 85
(21) (PV 500-85)

(40) Zverejnené 16 01 86

(45) Vydané 15 12 87

(75)

Autor vynálezu

FORRÓ JURAJ ing.; FLOROVÍČ STANISLAV ing., TRNAVA

[54] Bisamínoamidy na báze mastných kyselín

1

2

Riešenie popisuje bis-amínoamidy na báze mastných kyselín, vhodné ako mazadlá na povrchovú úpravu sklenených vlákien. Prípravu týchto zlúčenín je možné uskutočniť amidáciou mastných kyselín dietyléntriámínom v molárnom pomere 1 : 1. Pripravený amínoamid sa nechá reagovať s ftalanhydridom či kyselinou ftalovou, izoftalovou, tereftalovou alebo ich esterami v molárnom pomere 2 : 1. Neutralizáciou kyselinami je ich možno previesť na príslušné soli, napríklad kyselinou octovou.

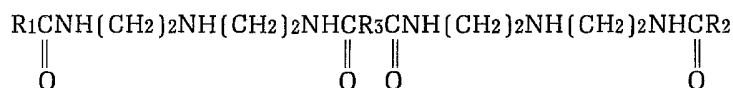
Vynález sa týka bis-amínoamidov na báze mastných kyselín a ich amóniových solí.

K úprave sklenených a minerálnych vlákien sa používajú rôzne mazadlá (čs. aut. osv. č. 185 291, 185 293). Zvyčajne sú to zlúčeniny amfipatického charakteru, z ktorých je možné pripravovať buď vodné roztoky, alebo emulzie.

Významné uplatnenie k týmto účelom našli rôzne alkylolamidy, pripravované reakciou vyšších mastných kyselín s alkylolamínmi a amínoamidy na báze alifatických polyamínov a mastných kyselín (USA pat. č. 3 108 891, 3 167 483, 3 265 516, 3 284 179 a 3 461 090).

Známe sú rôzne amínoamidy, ktorých príprava a modifikácie sa uskutočňuje rôznymi zlúčeninami so zreteľom ich aplikačného použitia. Základné amínoamidy sa pripravujú najčastejšie kondenzáciou, hlavne mastných kyselín s alifatickými polyamínmi. (Čs. aut. osv. č. 169 045, 169 047, 170 697, 170 698.)

Pre špeciálne aplikácie, hlavne ako tuži-



kde predstavuje

R₁, R₂ alkylový alebo alkenylový zbytok s 7 až 22 atómami uhlíka,

R₃ fenylén
a ich amóniové soli.

Prípravu týchto zlúčení je možné uskutočniť nasledovne. Kondenzáciou mastných kyselín pri teplote 140 až 220 °C s dietylén-triamínom v molárnom pomere 1 : 1 sa pripraví príslušné amínoamidy. Mastné kyseliny sa používajú buď jednotlivo, ale častejšie v zmesiach ako mastné kyseliny izolované z rôznych olejov a tukov.

Takto pripravené amínoamidy sa podrobia reakcii s ftalanhydridom či kyselinou ftalovou, izoftalovou, tereftalovou alebo ich estermi, prípadne s technickými zmesiami na ich báze. Neutralizáciou s organickými či anorganickými kyselinami ako mravčia, octová, propiónová, chlorovodíková, fosforečná a pod. je možné reakčné produkty previesť na príslušné amóniové soli. Týmto spôsobom je možné regulovať celý rad vlastností bis-

amínoamidov, ako hydrofilnosť, konzistenciu, teplotu topenia a pod. podľa požadovaných vlastností.

Pri použití amínoamidov na báze mastných kyselín a dietylén-triamínu alebo dipropylén-triamínu solubilizovaných napríklad kyselinou octovou sme zistili, že dochádza k významnému zhoršeniu mechanických vlastností polyesterových sklolaminátov, hlavne pevnosti v ohybe. Z dôvodu, že uvedené zlúčeniny sa vyznačujú dobrými klznými vlastnosťami pre sklenené vlákna, boli robené ich modifikácie, ktoré nezhoršia ich klznú vlastnosť, ale na strane druhej odstránia ich vplyv na zhoršenie mechanických vlastností. Pri aplikačnom výskume sme zistili, že týmito vlastnosťami vyhotovujú zlúčeniny podľa vynálezu.

Vynález popisuje bis-amínoamidy na báze mastných kyselín obecného vzorca

amínoamidov, ako hydrofilnosť, konzistenciu, teplotu topenia a pod. podľa požadovaných vlastností.

Vynález je ďalej objasnený formou príkladov, ktorých zloženie je uvádzané v hmotnostnej koncentrácii.

Pr í k l a d 1

Do sulfonačnej banky s azeotropickým nástavcom sa predložila príslušná mastná kyselina, 10 ml benzénu a 10 g dietylén-triamínu. Násada sa udržiavala pri teplote refluxu do ukončenia vývoja reakčnej vody. Po tejto dobe sa k násade pridalo 8 g kyseliny (1,2), (1,3) a (1,4) benzéndikarboxylovej (BDK) a násada sa udržiavala pri teplote refluxu do ukončenia vývoja reakčnej vody. Po ochladení sa premyla vodným roztokom sódy, vodou a za vákua sa odstránili prechádzajúce podiely. Množstvo jednotlivých mastných kyselín a vlastností bis-amínoamidov sú uvedené v tabuľke 1.

TABUĽKA 1

Kyselina	Navážka g	B D K	Teplota topenia °C
steárová	27,5	1,2	70 až 73
steárová	27,5	1,3	71 až 74
steárová	27,5	1,4	74 až 77
olejová	27,4	1,2	38 až 40
olejová	27,4	1,3	40 až 42
olejová	27,4	1,4	41 až 44
kaprylová	14,0	1,2	31 až 33
kaprylová	14,0	1,3	32 až 35
kaprylová	14,0	1,4	36 až 39
palmitová	24,8	1,2	58 až 61
laurová	19,4	1,2	37 až 40
myristová	22,1	1,2	42 až 45
pelargónová	15,3	1,2	34 až 37

Príklad 2

Do sulfonačnej banky, opatrenej miešadlom, kontaktným teplomerom, prívodom dusíka a azeotropickým nástavcom sa predložilo 500 g technickej zmesi mastných kyselín o zložení uvedenom v tabuľke 2.

TABUĽKA 2

Kyselina	%
steárová	52,4
palmitová	42,3
laurová	1,9
arachová	0,7
kaprylová	0,1
pentadekánová	0,3
heptadekánová	1,7
kaprinová	0,3
neidentifikované	0,3

K tavenine mastných kyselín sa pridalo 100 g xylénu a 180 g technického dietyléntriámínu o amínovom čísle 1 638 mg KOH/g. Násada sa vyhriala na teplotu varu a kondenzácia sa nechala prebiehať do ukončenia vývoja vody. Po tejto dobe sa pridalo 129 g ftalanhydridu a reakcia sa opäť nechala prebiehať do ukončenia vývoja vody. Pripravený bis-amínoamid má pri 20 °C vzhľad voskovitej hmoty s teplotou topenia 65 až 67 °C.

Príklad 3

Kondenzáciou 400 g technickej zmesi kvaľalných mastných kyselín o zložení uvedenom v tabuľke 3 s 145 g dietyléntriámínu sa postupom podľa príkladu 1 pripravil amínoamid.

TABUĽKA 3

Kyseliny	%
olejová	83,4
linolová	10,4
linolénová	3,6
steárová	1,2
neidentifikované	1,4

Do aparatury s azeotropickým nástavcom sa predložilo 70 g pripraveného amínoamidu, 15,5 g kyseliny a 10 ml toluénu. Násada sa vyhriala na teplotu varu, na ktorej sa udržiavala do ukončenia vývoja vody. Vlastností bis-amínoamidov na báze rôznych kyselín sú uvedené v tabuľke 4.

TABUĽKA 4

Kyselina	Teplota topenia °C
ftalová	43 až 46
izoftalová	57 až 60
tereftalová	69 až 72

Príklad 4

Do aparatury sa predložilo 100 g technickej zmesi mastných kyselín o zložení uvedenom v tabuľke 5, 49 g dietyléntriámínu a 10 ml toluénu.

TABUĽKA 5

Kyselina	%
laurová	50,8
myristová	13,8
palmitová	11,6
kaprinová	8,1
kaprylová	7,8
olejová	3,7
steárová	1,2
neidentifikované	3,0

Násada sa vyhriala na teplotu varu, na ktorej sa udržiavala do ukončenia vývoja vody. Po tejto dobe sa pridalo 35 g ftalanhydridu a reakcia sa opäť nechala prebiehať do ukončenia vývoja vody. Pripravený bis-amínoamid má teplotu topenia 39 až 42° Celsia. Vodou riediteľné soli je možné pripraviť neutralizáciou so silnými kyselinami. Pripravený bis-amínoamid o priemernej molekulovej hmotnosti 700 v množstve 5 g sa roztavil a za miešania zneutralizoval kyselinou a rozpustil v 500 ml vody za vzniku opalescentných roztokov. Kyselina a jej množstvo je uvedené v tabuľke 6.

TABUĽKA 6

Kyselina	g
mravenčia	0,7
octová	0,9
chlorovodíková (37 %)	1,3

Príklad 5

Bis-amínoamid na báze mastných kyselín a kyseliny ftalovej o priemernej molekulovej hmotnosti 850 pripravený podľa príkladu 2, sa použil vo forme soli s kyselinou octovou k úprave sklenených vlákien. Rov-

nakým spôsobom sa vyhodnotil základný amínoamid na báze uvedených mastných kyselín a dietyléntriáminu. Ako väzbový prostriedok sa použil 3-metakryloxypropyltrimetoxysilan. Upravené vlákna sa použili ako

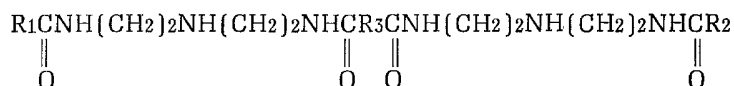
výstuž polyesterovej živice. Vyhodnocovanie sklolaminátov sa robilo skúškou pevnosti na ohyb a dosiahnuté výsledky sú uvedené v tabuľke 7.

TABUĽKA 7

Mazadlo	Amínoamid	Bis-amínoamid
medza pevnosti v ohybe za sucha MPa	990	1 260
variačný koeficient (%)	6,7	5,6
medza pevnosti v ohybe po vare MPa	890	1 108
variačný koeficient (%)	6,4	5,9
obsah skla (%)	65,6	65,5

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Bis-amínoamidy na báze mastných kyselín obecného vzorca



kde predstavuje

R₁, R₂ alkylový alebo alkenylový zbytok
s 7 až 22 atómami uhlíka,

R₃ fenylén,
a ich amóniové soli.