

1. Einleitung

E. L. WITTBECKER und Mitarbeiter [1] beschrieben 1959 ein als »Grenzflächenpolykondensation« (interfacial polycondensation, IFP) bezeichnetes Verfahren zur Synthese von Kondensationspolymeren. Bei diesem Verfahren läuft die Kondensationsreaktion an der Phasengrenze zweier nicht miteinander mischbarer Lösungsmittel ab. So bildet sich z. B. an der Grenzfläche zwischen den beiden Lösungen Sebacinsäuredichlorid in Tetrachlorkohlenstoff und Hexamethyldiamin in Wasser Nylon 610. E. L. WITTBECKER und Mitarbeiter [1] synthetisierten nach diesem Verfahren Polyamide, Polyurethane, Polysulfonamide und Polyester.

R. E. WHITFIELD, L. A. MILLER und W. L. WASLEY [2–9] verwendeten 1961 das IFP-Verfahren zur Filzfreiausrüstung von Wolle. Dabei wird mit einer wäßrigen Hexamethyldiaminlösung getränkte Wolle mit Sebacinsäuredichlorid in einem mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittel behandelt. Der an der Phasengrenze Wasser/organisches Lösungsmittel gebildete Polyamidfilm maskiert die Schuppen der Faseroberfläche. Eine Folge davon ist die Reduktion des richtungsgebundenen Reibungskoeffizienten (directional frictional effect, DFE), welcher für das Filzvermögen verantwortlich ist.

R. E. WHITFIELD, L. A. MILLER und W. E. WASLEY haben Wolle nach dem Verfahren der Grenzflächenpolykondensation mit Polyamiden [2–3], Polyestern, Polyharnstoffen [5], Polyurethanen [4] und verschiedenen Copolymeren [6] ausgerüstet. Dabei ergab sich, daß die besten Antifilzeffekte mit Nylon 610 erzielt werden. Zur Erzielung eines ausreichenden Antifilzeffektes genügte eine Nylonauflage von 1 bis 2%. Die Wolle wurde bei der Behandlung nicht geschädigt, Reißfestigkeit und Reißdehnung nahmen sogar zu.

Das von R. E. WHITFIELD, L. A. MILLER und W. E. WASLEY ausgearbeitete Verfahren besitzt für die technische Durchführung der Filzfreiausrüstung einige Nachteile. Diese bestehen im wesentlichen in der Anwendung eines organischen Lösungsmittels, der Hydrolyseempfindlichkeit des Sebacinsäuredichlorids und der Veränderung des Warengriffes der ausgerüsteten Wolle. Es war daher sinnvoll, in Anlehnung an die Arbeiten von R. E. WHITFIELD, L. A. MILLER und W. E. WASLEY nach einem Verfahren zu suchen, welches die genannten Nachteile nicht aufweist.

2. Problemstellung

Die in der Einleitung genannten Nachteile des IFP-Verfahrens zur Antifilzausrüstung von Wolle mit Nylon 610 führten zu folgender wissenschaftlicher Fragestellung:

- a) Gibt es aktivierte Sebacinsäurederivate, mit deren Hilfe es möglich ist, an Stelle der Lösung von Sebacinsäuredichlorid in einem organischen Lösungsmittel eine wäßrige Emulsion einzusetzen?
- b) Reagieren derartige reaktive Sebacinsäurederivate in wäßriger Emulsion genügend rasch mit Hexamethyldiamin?

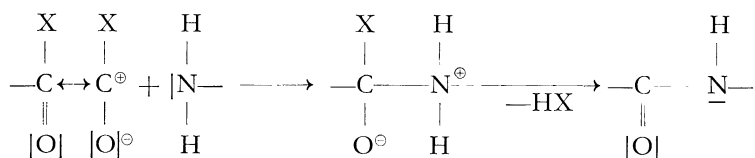
- c) Lassen sich Nylon-610-Filme auf Wolle auch dann aufbringen, wenn man auf das herkömmliche Verfahren der Grenzflächenpolykondensation verzichtet?

Zur Lösung des in der ersten Frage gestellten chemischen Problems sollten eine Reihe von aktivierten Sebacinsäureestern synthetisiert werden. Zur Aktivierung der Carboxygruppen der Sebacinsäure sollten dieselben Hydroxy- und Mercaptoverbindungen erprobt werden, wie sie seit den Arbeiten von TH. WIELAND, R. SCHWYZER, M. BODANSZKY und R. A. BOISSONNAS in der Peptidsynthese angewendet werden. Ferner sollten die Geschwindigkeit der Reaktion der Ester mit Hexamethyldiamin unter verschiedenen Reaktionsbedingungen studiert sowie die erhaltenen Polymeren durch physikalisch-chemische Methoden charakterisiert werden. Unter den dabei gefundenen Optimalbedingungen sollten dann Strickstücke aus Wolle mit Nylon 610 ausgerüstet werden. Dabei interessierten einmal der erzielte Antischrumpeffekt und zum anderen die bei der Ausrüstung eingetretenen Änderungen der chemischen und mechanisch-technologischen Eigenschaften der behandelten Wolle.

3. Durchgeführte Versuche und Ergebnisse

3.1 Darstellung von Nylon 610 aus aktivierten Estern der Sebacinsäure

Die Knüpfung der Amidbindung ist eine bimolekulare nukleophile Substitution, bei der sich das freie Elektronenpaar des Stickstoffs einer Aminogruppe an das positiviert C-Atom der Carbonylgruppe anlagert:



Bei dieser Reaktion muß durch Wahl geeigneter Substituenten X eine möglichst hohe Positivierung des Carbonylkohlenstoffes erreicht werden. Man wählt daher zur Aktivierung der Carbonylgruppe Substituenten mit großer Elektronenaffinität. Bei der Herstellung von Polyamiden nach dem bisher üblichen Verfahren der Grenzflächenpolykondensation ist die Carbonylgruppe durch Chlor aktiviert. Da aber die Säurechloride sehr hydrolyseempfindlich sind, kann man dabei nicht in wäßriger Lösung arbeiten. Zur Darstellung von Polyamiden in wäßrigem Medium muß die Aktivierung der Carbonylgruppe durch andere elektronenanziehende Substituenten erreicht werden, die weniger hydrolyseempfindliche Derivate liefern.

Das von TH. WIELAND [11] und R. SCHWYZER [10] in die Peptidsynthese eingeführte Prinzip der Esteraktivierung hat in den letzten Jahren eine verbreitete Anwendung gefunden. Dabei stehen die aktivierten Thiophenylester [11], Nitrophenylester [12-13], Nitrothiophenylester [14], Cyanmethylester [10], 2,4,5-Trichlorphenylester [15], *N*-Hydroxysuccinimidester [16] und *N*-Hydroxyphthalimidester [17] im Vordergrund des Interesses.

Für das in der vorliegenden Arbeit zu lösende Problem sollten entsprechende Ester der Sebacinsäure geeignet sein.