

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 118 077

PATENTU TYMCZASOWEGO

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.12.79 (P. 220280)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 06.10.80

Opis patentowy opublikowane: 30.09.1982

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.³.

C08G 69/50

Twórcy wynalazku: Jerzy Kapko, Jerzy Polaczek

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Krakowska, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania pochodnych poliamidów rozpuszczalnych w rozcieńczonych wodnych roztworach zasad

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania pochodnych poliamidów rozpuszczalnych w rozcieńczonych wodnych roztworach zasad.

Poliamidy znajdują zastosowanie przemysłowe zastosowane jako materiały włóknotwórcze lub termoplastyczne tworzywa konstrukcyjne, natomiast stosowanie poliamidów w grupie tworzyw powłokowych ograniczające się do metod natrysku płomieniowego lub nanoszenia fluidyzacyjnego i to niektórych poliamidów (11 i 12) jest utrudnione nierozpuszczalnością ich w lotnych rozpuszczalnikach. Rozpuszczają się jedynie w niektórych polarnych związkach – fenolach, kwasach, które ze względu na małą lotność i toksyczność nie mogą być ogólnie stosowane do otrzymywania powłok.

Znana jest grupa pochodnych poliamidów rozpuszczalnych w rozpuszczalnikach organicznych, które mogą być stosowane jako składnik materiałów powłokotwórczych lub impregnacyjnych. Należą do tej grupy N-alkoksymetylo-, N-hydroksymetylo lub N-alkilo – podstawione poliamidy.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 49583 sposób otrzymywania pochodnych poliamidów rozpuszczalnych w rozcieńczonych wodnych roztworach daje możliwość otrzymywania N-metylenoarylopoliamidów, zawierających kwaśne grupy funkcyjne umożliwiające rozpuszczanie tak zmodyfikowanego poliamidu w rozcieńczonych wodnych roztworach zasad.

Droga prowadząca do otrzymania niektórych z tych pochodnych poliamidu (zawierających grupy SO_3H) jest mało ekonomiczna. Jednofunkcyjny fenol lub jego pochodna zawierająca grupy sulfonowe musiał być w tej metodzie izolowany i oczyszczany z mieszaniny reakcyjnej po sulfonowaniu, a dopiero potem wprowadzany do kwasu mrówkowego będącego rozpuszczalnikiem reagentów (poliamidu i formaldehydu). Tak więc niemożliwe było stosowanie kwasu mrówkowego jako jedynego rozpuszczalnika nadającego się do kondensacji.

Istota wynalazku polega na tym, że na poliamid rozpuszczony w mieszaninie poreakcyjnej powstającej przy sulfonowaniu fenoli i ich pochodnych steżonym kwasem siarkowym działa się formaldehydem. Poliamid zostaje więc od razu rozpuszczony w mieszaninie poreakcyjnej otrzymywanej przy produkcji kwasu fenolosulfonowego z pominięciem wyodrębniania go, oczyszczania i zużywania drogiego kwasu mrówkowego stosowanego w dotychczas znanej metodzie.

Mieszanina taka zawiera obok zulfonowanych jednofunkcyjnych fenoli lub ich pochodnych kwas siarkowy, w którym rozpuszcza się poliamid. W wyniku kondensacji z formaldehydem prowadzonej przy ciśnieniu atmosferycznym i temperaturze nie przekraczającej 50°C powstają związki nieusieciowione, a więc dobrze rozpuszczalne w rozcieńczonych alkaliach z zachowaniem stechiometrycznych stosunków (o budowie takiej jak związki otrzymane sposobem znanym z polskiego opisu patentowego nr 49583). Wskutek przebiegającej w H_2SO_4 wobec formaldehydu częściowej degradacji poliamidu otrzymane produkty mają mniejsze ciężary cząstkowe niż związki otrzymywane sposobem dotychczas znanym.

Sposób przebiega z wybranym jednofunkcyjnym fenolem, to jest zawierającym tylko jedno wolne położenie o – lub p – w stosunku do grupy OH.

Przedstawia go schemat:

Fenol lub	H_2SO_4	kwas	+PA+CH ₂ O	poliamid zawierający grupy
jego pochodna	→	fenolosulfonowy	→	N-metylenoarylosulfonowe

Związki te mogą być stosowane jako syntetyczne garbniki lub środki koagulujące zanieczyszczenia wody.

Przykład. 1 m o-krezolu dodaje się do 150 g 96% H_2SO_4 uważając, aby temperatura reagentów nie była większa od 30°C . Po zakończeniu reakcji sulfonowania rozpuszcza się w mieszaninie zawierającej obok kwasu krezolosulfonowego 0,5 m poliamidu 6, a następnie dodaje się 1,12 m formaldehydu, jako 36% formalinę. Reakcję prowadzi się przy stałym mieszaniu przez 90 minut w temperaturze 50°C , a następnie wytrąca się i przemywa związek wodą do zaniku reakcji na jony SO_4^{-2} .

Według tych samych stosunków molowych prowadzono reakcję z sulfonowanym o – chlorofenolem i sulfonowanym kwasem salicylowym. Mieszaniny rozpuszczające poliamid 6 składały się z jednofunkcyjnego związku będącego pochodną fenolu zawierającego grupę SO_3H^- i kwasu siarkowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania pochodnych poliamidów rozpuszczalnych w rozcieńczonych wodnych roztworach zasad, znamienny tym, że na poliamid rozpuszczony w mieszaninie poreakcyjnej powstającej przy sulfonowaniu fenoli i ich pochodnych stężonym kwasem siarkowym działa się formaldehydem, przy czym mieszanina poreakcyjna zawiera obok zulfonowanych jednofunkcyjnych fenoli lub ich pochodnych kwas siarkowy.