

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

cos 9 20/20

Nr 31841

Kl. 39 c, 12/01

Kurmärkische Zellwolle und Zellulose Aktiengesellschaft, Wittenberge, Rheinische Kunstseide Aktiengesellschaft, Krefeld, Rheinische Zellwolle Aktiengesellschaft, Siegburg, Schlesische Zellwolle Aktiengesellschaft, Hirschberg, Zellwolle und Zellulose Aktiengesellschaft Küstrin, Küstrin, zusammengeschlossen in der Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg

Sposób wytwarzania produktów wielokondensacji

Zgłoszono 6 grudnia 1941

Udzielono 12 maja 1943

Pierwszeństwo: 14 stycznia 1941 (Niemcy)

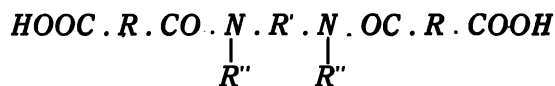
Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania produktów kondensacji, które określić można jako wieloamidy-wielohydrazydy mieszane.

Dotychczas znane są sposoby, dotyczące wytwarzania najprzeróżniejszych łańcuchowych produktów kondensacji. A więc między innymi opisano w literaturze już wieloestry, wieloetery, wieloacetale, wieloformale, wieloamidy i wieloamido-wielosulfoamidy.

Obecnie udało się uzyskać nowego rodzaju produkt kondensacji dający się bardzo dobrze kształtować i odznaczający się

dobrą odpornością na działanie ciepła i rozpuszczalników. Nie jest on tak hydrofobowy i nierozpuszczalny w rozczynnikach jak znane poliamidy, tak że nowe te wielokondensaty mogą być stosowane z korzyścią do szczególnych celów

Otrzymuje się produkt kondensacji, przy czym przerabia się amidy o następującej budowie:



lub jego pochodne, jak estry, chlorowce lub bezwodniki, z mniej więcej równoważnymi

ilościami hydrazyny lub jej produktów podstawienia. Z zasady konieczne jest stosowanie ciśnienia i wyższych temperatur (150—290°C). Przepuszczając gazy obojętne można ewentualnie przeprowadzać kondensację pod ciśnieniem atmosferycznym. Uzyskany produkt kondensacji można łatwo kształtować. Właściwości plastyczne i wytrzymałościowe w bardzo znacznym stopniu można ulepszyć, jeżeli produkt kondensacji będzie się ogrzewało dalej w próżni w temperaturze wyższej albo niższej od tej, którą stosowano podczas kondensacji wstępnej. Jednakże zważać trzeba, by temperatura kondensacji końcowej była zawsze wyższa od temperatury topnienia produktu kondensacji wstępnej. Często w celu stopienia produktu kondensacji wstępnej dobrze jest stosować wyższą temperaturę, która może opaść podczas dalszej kondensacji. Z zasady kondensację zaczyna się pod ciśnieniem, a w celu uzyskania produktów o dobrych właściwościach przeprowadza się ją w końcu w próżni.

Kondensację można przeprowadzić stapiając, jak i również rozpuszczając składniki w odpowiednich środkach rozcieńczających, np. związkach aromatycznych, podstawionych grupami wodorotlenowymi, ketonach lub w oleju parafinowym. Korzystne jest stosowanie jako katalizatora małych ilości zasad, mimo że często już powierzchnia naczynia reakcyjnego działa katalitycznie.

Stosując równocząsteczkowe ilości dwukarboksylowego amidu i hydrazyny otrzymuje się związki o bardzo dużym ciężarze cząsteczkowym. O ile nie jest pożądanym tak duży ciężar cząsteczkowy, to jeden lub drugi ze składników może być użyty w nadmiarze.

W zastosowanym według wynalazku amidzie o powyżej podanej budowie grupy *R* i *R'* stanowią grupę alifatyczną, hydroaromatyczną lub mieszaną alifatyczno-aromatyczną, w której łańcuch węglowy może

być przerywany heteroatomami. *R''* jest atomem wodoru lub resztą alkylową.

Dwukarboksylowane dwuamidy mogą być otrzymywane w znany sposób, np. przez przemianę jednego mola dwuaminy z dwoma molami kwasu dwukarbonowego lub jego pochodnych. Przy kondensowaniu wolnego kwasu dwukarbonowego z dwuaminą stosować trzeba energiczne warunki reakcji, gdyż inaczej z jednego mola dwuaminy i jednego mola kwasu dwukarbonowego powstaje tylko sól.

Atomy wodoru hydrazyny zastąpić można resztą arylową lub alkylową, jednakże konieczną jest rzeczą by hydrazyna, mająca być stosowana, posiadała przy każdym atomie azotu jeszcze jeden zdolny do reakcji atom wodoru.

Otrzymane produkty kondensacji są w dużej mierze niewrażliwe na tlen, chociaż dobrze jest nie doprowadzać podczas reakcji tlenu z powietrza.

Stopy tych ciał posiadają stosunkowo trwałą lepkość.

Podczas przeróbki można uniknąć zmiany lepkości dodając odpowiednich utrwalczy lub lepkości, jak np. asymetrycznych dwualkylo- lub -arylohydrazyn, amin pierwszorzędowych, amidów pierwszorzędowych itd.

Zaznaczyć trzeba, że nie dochodzi się do tych samych produktów kondensacji — jak się je otrzymuje według niniejszego sposobu — gdy wielohydrazydy i wieloamidy stapia się razem w równych ilościach. Również przy jednoczesnej kondensacji wszystkich trzech związków zasadniczych, a więc kwasu dwukarbonowego, dwuaminy i hydrazyny, nie dochodzi się do produktów kondensacji o opisanych właściwościach. W ostatnio podanym przypadku otrzymuje się z zasady produkt gumiasty względnie galaretowaty.

Przykład. 258 części wagowych estru dwuetylowego kwasu sebacynowego ogrzewa się z 72 częściami wagowymi oktometrylenodwuaminy do temperatury 180°C przez

4 godziny w naczyniu wytrzymałym na ciśnienie. Otrzymany osad odsącza się pod ciśnieniem, płóczy i suszy.

57 części tego produktu ogrzewa się z 5 częściami wodzianu hydrazyny z dodatkiem nieznacznej ilości alkoholu sodu, odpowiadającej 0,05 g sodu, przez 3 godziny w naczyniu wytrzymałym na ciśnienie w temperaturze 180°C. Następnie w naczyniu wytwarza się próżnię i ogrzewa dalej utrzymując temperaturę 220°C w próżni o ciśnieniu 2 mm. Po 9 godzinach produkt posiada dobre właściwości do kształtowania.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania produktów wielokondensacji, znamieny tym, że symetryczne dwuamidy kwasów dwu-dwukarbonowych o wzorze ogólnym $HOOC.R.CO.NR''.R'.NR''.OC.R.COOH$ lub ich pochodne, w których R i R' są resztami alifatycznymi, hydroaromatycznymi lub mieszanymi alifatyczno-aromatycznymi i w których łańcuch węglowy może być przerywany heteroatomami, przy czym R'' oznacza H lub resztę alkylową, poddaje się kondensacji z dwuaminami alifatycznymi, hydroaromatycznymi lub

mieszanymi alifatyczno - aromatycznymi, których łańcuch węglowy może być przerywany heteroatomami, w temperaturze 150—180°C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że przeprowadza się najpierw kondensację wstępną pod ciśnieniem, a dalszą kondensację przeprowadza się w próżni.

3. Sposób według zastrz. 2, znamieny tym, że kondensację przeprowadza się stosując odpowiednie środki rozcieńczające.

4. Sposób według zastrz. 3, znamieny tym, że do masy reakcyjnej dodaje się utrwalczy lepkości.

Kurmärkische Zellwolle und
Zellulose Aktiengesellschaft,
Rheinische Kunstseide Aktiengesellschaft, Rheinische
Zellwolle Aktiengesellschaft,
Schlesische Zellwolle Aktiengesellschaft, Zellwolle
und Zellulose Aktiengesellschaft Küstrin zusammen-
geschlossen in der Phrix-
Arbeitsgemeinschaft

Zastępca: inż. F. Winnicki
rzecznik patentowy.