

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65853

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 22i²,3/16

Zgłoszono: 12.X.1967 (P 122 977)

Pierwszeństwo: _____

MKP C09j 3/16

Opublikowano: 30.XII.1972

UKD

Współtwórcy wynalazku: Stanisław Skóra, Andrzej Lendzion

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania termoplastycznych klejów poliamidowych topionych na gorąco

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania termoplastycznych klejów poliamidowych topionych na gorąco.

Znane dotychczas topliwe kleje poliamidowe otrzymywane są przez kondensację dwufunkcyjnych estrów dimerów kwasów tłuszczowych z polialkilopoliaminami o ogólnym wzorze $\text{NH}_2\text{-(R-NH)}_x\text{-R-NH}_2$.

Kondensację wyjściowych surowców prowadzi się wobec kwaśnych katalizatorów, takich jak kwas octowy, mlekowy i kwasy fosforowe. Ciężar cząsteczkowy tego rodzaju poliamidów waha się w granicach 8 do 10 tysięcy i możliwe jest również otrzymanie produktów wielkocząsteczkowych. Wiadomo jednak, że polimery o wysokim ciężarze cząsteczkowym w stanie stopionym mają dużą lepkość i ze względu na niekorzystne własności reologiczne nie mogą być brane pod uwagę jako kleje topliwe.

Znane termoplastyczne topliwe kleje poliamidowe pod wpływem odpowiednio wysokiej temperatury przechodzą w mało lepkie cieczce, wykazujące doskonałą adhezję do papieru, skóry, drewna i metali. Właściwość tę wykorzystuje się w procesie klejenia, który polega na wprowadzeniu ciekłego kleju pomiędzy sklejać powierzchnie ściśnięciu i oziębieniu spoiny klejowej. Kleje te zapewniają trwałe i elastyczne spoiny klejowe. Wytrzymałość spoiny klejowej na ścinanie klejów poliamidowych

2

z estrów dimerów kwasów tłuszczowych jest stosunkowo mała i wynosi około 20 kG/cm².

Celem wynalazku jest opracowanie kleju poliamidowego, który zastosowany do klejenia daje spoinę o dużej wytrzymałości na ścinanie.

Stwierdzono, że wytrzymałość spoiny klejowej na ścinanie można znacznie poprawić, jeżeli w procesie wytwarzania kleju poliamidowego do kondensacji z aminą alifatyczną, zamiast estru dimeru kwasu tłuszczowego, użyje się mieszaniny tego estru z estrem kwasu dwukarboksylowego o ogólnym wzorze $\text{R-O-CO-(CH}_2)_n\text{-CO-O-R}$, gdzie $n=0$ do 6, a R oznacza rodnik metylowy. Ilość wprowadzonego estru kwasu dwukarboksylowego może wynosić 5 — 25% wagowych w przeliczeniu na ilość estru dimeru kwasu tłuszczowego. Przy wyższych udziałach procentowych tworzą się poliamidy o zbyt małej elastyczności zwłaszcza w obniżonych temperaturach.

Jako aminy alifatyczne stosuje się dwuetylenotrójamine, zwłaszcza etylenodwuaminę. Jako dimery kwasów tłuszczowych stosuje się dimery z estrów oleju lnianego, sojowego i talowego. Najczęściej stosowane są do dimeryzacji estry metylowe.

Wprowadzenie do wysokoelastycznego łańcucha poliamidu zbudowanego z dimerów kwasów tłuszczowych i dwuaminy, zwłaszcza etylenodwuaminy, określonej ilości usztywniającego działających reszt np. kwasu adypinowego, wywołuje podwyższenie temperatury mięknięcia (topnienia) kleju topliwe-

go, co w pewnych zastosowaniach jest zjawiskiem bardzo pożądanym.

Poliamid otrzymany sposobem według wynalazku wykazuje dobrą mieszalność z powszechnie stosowanymi dodatkami do termoplastycznych klejów topliwych.

Przykład W reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, kolumnę destylacyjną, zakończoną chłodnicą poziomą, termometr i rurkę doprowadzającą azot, wprowadza się 174 części wagowe estru metylowego dimeru oleju talowego, 26 części wagowych adypinianu dwumetylu, 20,8 części wagowych etylenodwuaminy i 1,3 części wagowych lodowatego kwasu octowego. Zawartość reaktora ogrzewa się przy ciągłym mieszaniu i przepuszczaniu azotu do temperatury 115 — 120°C. W tym czasie rozpoczyna się wydzielanie produktu ubocznego reakcji (metanolu), który po przejściu przez kolumnę i chłodnicę wodną zbiera się w odbieralniku.

Po wyraźnym zwolnieniu szybkości wydzielania się metanolu, co następuje po około 2 godzinnym prowadzeniu reakcji, temperaturę w reaktorze podnosi się stopniowo w ciągu 3 godzin do 220°C. W tych warunkach reakcję prowadzi się przez dalsze 3 godziny, po czym gęstniejącą żywicę (poliamid) ogrzewa się do temperatury 250 — 260°C

i po podłączeniu aparatury do pompy próżniowej proces prowadzi się przez dalsze 3 godziny przy ciśnieniu 10 — 15 mm Hg. Po zakończeniu reakcji gorący ciekły produkt (poliamid) wylewa się na tace aluminiowe i pozostawia do ostudzenia.

W ten sposób otrzymuje się 200 części wagowych poliamidu o barwie brązowej i następujących właściwościach:

Liczba aminowa 4 — 7

10 Temperatura mięknienia (metoda pierścienia i kulki) 150°C.

Wytrzymałość na rozciąganie około 30 kG/cm².

Wydłużenie przy rozciąganiu 700%.

15 Wytrzymałość spoiny na ścinanie 30 — 40 kG/cm².

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania termoplastycznych klejów poliamidowych topionych na gorąco przez kondensację amin alifatycznych, zwłaszcza etylenodwuaminy, z estrami dimerów kwasów tłuszczowych, **znamienny tym**, że kondensację prowadzi się z dodatkiem 5 do 25% wagowych, w stosunku do ilości estrów dimerów kwasów tłuszczowych, estrów kwasów dwukarboksylowych o ogólnym wzorze $R-OOC-(CH_2)_n-COOR$, gdzie $n=0$ do 6, a R oznacza rodnik metylowy.