

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72 806

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 39b⁵, 53/00

Zgłoszono: 12.10.1970 (P. 143874)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 53/00

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 23.12.1974

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Zofia Kłosowska—Wołkowicz, Ryszard Ostrysz, Henryka

Jamrógiewicz, Felicja Jankowska, Medard Wende

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej,

Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania bezbarwnych poliestrów nasyconych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania bezbarwnych poliestrów nasyconych do tworzyw poliuretanowych, otrzymywanych przez polikondensację kwasów wielokarboksylowych lub ich bezwodników z alkoholami wielowodorotlenowymi, lub hydroksykwasów albo przez polimeryzację laktonów.

Znane są sposoby wytwarzania poliestrów o jasnej barwie przez zastosowanie surowców o wysokiej czystości, przez właściwe dobranie parametrów procesu polikondensacji lub polimeryzacji, stosowanie jak najniższej temperatury i odpowiednich katalizatorów, przez kondensację pod niskim ciśnieniem lub azeotropową, przez dodawanie do surowców przed polikondensację lub polimeryzację związków fosforowych, lub dodawanie do gotowego produktu wybielaczy optycznych. Znane metody wytwarzania poliestrów nasyconych o jasnej barwie posiadają wady i ograniczenia, np. surowce o pożądanej czystości nie są dostępne, dodawane katalizatory są substancjami kwaśnymi i powodują hydrolizę produktu w czasie jego przechowywania, prowadzenie kondensacji azeotropowej zwiększa niebezpieczeństwo pożaru, a ponadto znanymi metodami nie udaje się uzyskać poliestrów całkowicie bezbarwnych.

Obecnie stwierdzono, że można wytwarzać bezbarwne poliestry nasycone do tworzyw poliuretanowych, otrzymywane przez polikondensację kwasów wielokarboksylowych lub ich bezwodników z alkoholami wielowodorotlenowymi, lub hydroksykwasów, albo przez polimeryzację laktonów, w ten sposób, że na mieszaninę reakcyjną w dowolnym stadium albo po zakończeniu polikondensacji lub polimeryzacji, działa się w temperaturze pokojowej lub podwyższonej związkami nadtlenowymi nieorganicznymi lub organicznymi, ich mieszaninami lub adduktami, po czym w szczególnym przypadku usuwa się utworzoną w reakcji wodę i małowcząsteczkowe produkty reakcji.

Sposobem według wynalazku wytwarza się bezbarwne poliestry działając na mieszaninę reakcyjną nadtlaniem wodoru w roztworze wodnym lub bezwodnym, jego adduktem z mocznikiem, nadtlenkami metali I lub II grupy układu okresowego, nadtlenkami ketonów jak nadtlenek cykloheksanonu i metyloetyloketonu, nadtlenkami dwuacylowymi, nadtlenkami i wodoronadtlenkami alkilowymi, kwasami nadtlenowymi, solami lub estrami alkilowymi kwasów nadtlenowych w szczególnym przypadku w postaci roztworów lub past w zmiekczaczych albo w poliestrach tego samego typu co poliestry poddawane odbarwieniu. Stosowanie sposobu według wynalazku nie wyklucza jednoczesnego stosowania dotychczas znanych sposobów w celu uzyskania lepszych efektów odbarwienia.

Sposobem według wynalazku przez dodanie na 100 części wagowych mieszaniny reakcyjnej 0,01–10 części, najkorzystniej 0,2–3 części wagowych związku nadtlennowego, można odbarwić w dogodnych warunkach zarówno mieszaninę surowców technicznych o ciemnej barwie jak i poliester, który ściemniał w warunkach polikondensacji lub polimeryzacji albo na skutek korozji aparatury.

Przykład I: Do 1000 g poliestru z kwasu adypinowego glikolu dwuetylenowego i trójmetylopropanu o liczbie kwasowej 1,2, barwie powyżej 500 stopni Hazena, liczbie hydroksylowej 50 i lepkości 1320 cP w 75°C dodaje się 1 g 50-procentowej pasty nadtlenu cykloheksanonu we ftalanie dwubutylu i ogrzewa się mieszaninę do 100°C. Po 15 min. ogrzewaniu poliester ma barwę 50 stopni Hazena, liczbę kwasową 1,5, pozostałe parametry bez zmian.

Przykład II. Bezpośrednio po zakończeniu kondensacji 100 g poliestru z kwasu adypinowego i glikolu dwuetylenowego i uzyskaniu liczby kwasowej 1,6, liczby hydroksylowej 36, lepkości 620 cP w 75°C i barwy 450 stopni Hazena obniża się temperaturę poliestru do 150°C, dodaje się bezwodny roztwór 0,2 g nadtlenu wodoru w 5 g poliestru tego samego typu co poliester poddawany odbarwieniu a następnie prowadzi się odwodnienie produktu pod zmniejszonym ciśnieniem. Po ochłodzeniu poliester ma barwę 50 stopni Hazena i liczbę kwasową 1,8.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania bezbarwnych poliestrów nasyconych do tworzyw poliuretanowych, otrzymywanych przez polikondensację kwasów wielokarboksylowych lub ich bezwodników z alkoholami wielowodorotlenowymi, lub hydroksykwasów, albo przez polimeryzację laktonów, **znamienny tym**, że na mieszaninę reakcyjną w dowolnym stadium albo po zakończeniu polikondensacji lub polimeryzacji działa się w temperaturze pokojowej lub podwyższonej związkami nadtlennowymi nieorganicznymi lub organicznymi, ich mieszaninami lub adduktami, po czym w szczególnym przypadku usuwa się utworzoną w reakcji wodę i małą cząsteczkowe produkty reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako związki nadtlennowe nieorganiczne lub organiczne stosuje się nadtlenek wodoru w roztworze wodnym lub bezwodnym, jego addukt z mocznikiem, nadtlenuki metali I lub II grupy układu okresowego, nadtlenuki ketonów jak nadtlenek cykloheksanonu i metyloetyloketonu, nadtlenuki dwuacylowe, nadtlenuki i wodoronadtlenki alkilowe, kwasy nadtlennowe, sole lub estry alkilowe kwasów nadtlennowych w szczególnym przypadku w postaci roztworów lub past w zmiękczacach albo w poliestrach poddawanych odbarwieniu.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych mieszaniny reakcyjnej stosuje się 0,01–10 części wagowych, najkorzystniej 0,2–3 części wagowych związku nadtlennowego.