

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 100891

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.10.74 (P. 174677)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.09.75

Opis patentowy opublikowano: 30.07.1979

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polski

Int. Cl.² C08G 69/16

Twórcy wynalazku: Marian Madej, Edward Błaż

Uprawniony z patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Tworzyw Sztucznych,
Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania drobnoziarnistego N-metoksymetylopolikaproamidu

Dziedzina techniki. Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania drobnoziarnistego N-metoksymetylopolikaproamidu z płynów poreakcyjnych po procesie metoksymetylowania poliamidu-6. Polimer ten o nazwie handlowej „Poliamid M” jest stosowany między innymi do klejenia tkanin, a więc już same względy technologiczne stawiają wymagania drobnoziarnistości.

Stan techniki. Znany i stosowany sposób wytwarzania N-metoksymetylopolikaproamidu polega na wytrącaniu go przez bezpośrednie wlewanie roztworu poreakcyjnego po procesie metoksymetylowania poliamidu-6 do dużej objętości wody. Uzyskuje się w ten sposób granulaty, którego ziarna w przeważającej ilości mają wymiary kilku milimetrów, które to ziarna z kolei rozdrabnia się przez przecieranie przez odpowiednie sита na wymiary poniżej 0,65 mm. Niedogodność tego znanego sposobu polega na tym, że przecieranie granulatu przez sита jest operacją bardzo pracochłonną i trudną do zmechanizowania, a niezależnie od tego nie pozwala na wykorzystanie większych kawałków, które po zbryleniu są praktycznie bezużyteczne.

Istota wynalazku polega na tym, że roztwór poreakcyjny po procesie metoksymetylowania poliamidu-6 w pierwszym etapie, aby nie spowodować wytrącania osadu, rozcieńcza się podczas intensywnego mieszania wodą w ilości 4 części wagowe roztworu na 32 do 40 części wody, korzystnie w pierwszym etapie w stosunku 1 część wagowa roztworu na 0,75 do 1 części wagowej wody, po dodaniu niewielkiej ilości środków powierzchniowo czynnych, zwłaszcza o charakterze niejonowym w ilości 1 część wagowa na 100–150 części wagowych roztworu. W drugim etapie powoli wkrapla się tak rozcieńczony wstępnie roztwór z wodą do pozostałej ilości wody t.j. w stosunku 1 część wagowa roztworu rozcieńczonego do 3,5–5 części wagowych wody, utrzymując jednocześnie wartość pH w granicach 4–6, przez dodanie 1–1,5 części wagowych roztworu wodnego NaOH. Następnie całość miesza się intensywnie w ciągu co najmniej 3 godzin od momentu zakończenia wkraplania. Osad odfiltrowuje się, płucze i suszy w temperaturze 30°C w czasie 2–3 godzin i przesiewa przez sito o oczkach 0,75 mm. Otrzymuje się w ten sposób drobnoziarnisty poliamid M.

Przykład. Proces metoksymetylowania prowadzono po dodaniu 150 g kwasu octowego, 38 g poliamidu-6, 27 g paraformaldehydu i 75 g metanolu. Do 290 g uzyskanego z tego procesu roztworu po metoksymetylo-

wanlu dodano i rozpuszczono 2 g środka powierzchniowo czynnego o nazwie handlowej „Rokamid MR-17”, a następnie całość rozcieńczono 250 g wody mieszając intensywnie, zwłaszcza podczas chwilowego zwiększenia viskozy. Uzyskany wstępnie rozcieńczony roztwór o zmniejszonej już viskozie, po wyklarowaniu wdroplono do 2200 g wody, dozując równomiernie w ciągu 2 godzin i dodając roztwór 28,5 g wodorotlenku sodowego w 50 g wody, co pozwoliło utrzymać wartość pH w granicach 4 do 6. Następnie w ciągu 3 godzin mieszano całość intensywnie a potem otrzymaną zawiesinę odfiltrowano na filtrze próżniowym i przemyto wodą zdemineralizowaną, aż do momentu w którym przesącz przestał się pieniać. Osad suszono w temperaturze 30°C przez 2,5 godzin, a w końcu przesiano przez sito o oczkach 0,75 mm. Wytworzony w ten sposób N-metoksymetylopolikaproamid miał 83% ziarn mniejszych od 0,75 mm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania drobnoziarnistego N-metoksymetylopolikaproamidu z roztworu poreakcyjnego po procesie metoksymetylowania, poliamidu-6, z n a m i e n n y t y m, że w pierwszym etapie, aby nie spowodować wytrącania osadu, roztwór rozcieńcza się podczas intensywnego mieszania wodą w stosunku 1 część wagowa roztworu na 0,75 do 1 części wagowej wody, po dodaniu niewielkiej ilości środków powierzchniowo-czynnych, zwłaszcza o charakterze niejonowym, a następnie w drugim etapie wkrapla się powoli tak rozcieńczony roztwór w stosunku 1 części wagowej roztworu rozcieńczonego do 3,5 do 5 części wody, utrzymując jednocześnie wartość pH w granicach 4 do 6, zwłaszcza przez dozowanie środków alkalizujących i potem całość miesza się jeszcze intensywnie w ciągu co najmniej 3 godzin od momentu zakończenia wkrapiania, a następnie odfiltrowuje się, płucze, suszy i wreszcie przesiewa na sicie o oczkach 0,75 mm.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako środek alkalizujący najkorzystniej stosuje się roztwór wodny wodorotlenku sodowego.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że suszenie osadu prowadzi się przez czas od 2 do 3 godzin w temperaturze około 30°C.