



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

227247

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 10 82
(21) PV 7514-82

(51) Int. Cl.³ C 07 D 251/34
C 08 G 69/18

(40) Zveřejněno 29 07 83
(45) Vydáno 15 11 85

(75)

Autor vynálezu

BUKAČ ZBYNĚK ing. CSc.,
ŠEBENDA JAN ing. DrSc., PRAHA

(54)

Způsob čištění cyklického trimeru fenylisokyanátu

Vynález se týká způsobu čištění cyklického trimeru fenylisokyanátu, při němž se získá produkt o vysoké čistotě 98 až 100 %, který je vhodný pro použití jako aktivátor pro některé druhy aniontových polymerací E-kaprolaktamu, zvláště citlivých na přítomnost nečistot. Způsob čištění je založen na odstranění nečistot nerozpustných v chlorovaných uhlovodících, například chloroformu a odstranění nečistot rozpustných v ethanolu.

Vynález se týká způsobu čištění trimeru fenylisokyanátu pro účely použití jako aktivátoru aniontové polymerace kaprolaktamu.

Při výrobě cyklického trimeru fenylisokyanátu se používá s výhodou jako katalyzátoru Synhydrid [(dihydro-bis-(metoxyetoxo)aluminát sodný)] dle čs. AO 169 258 nebo Synlaktamát [(di-epsílon-kaprolaktamo-bis-(metoxyetoxo)aluminát sodný)] dle čs. AO 202 899. V průběhu cyklotrimerizace může dojít v malé míře ke tvorbě některých nežádoucích produktů, které mohou ovlivňovat průběh polymerace, konverzi a polymerační stupeň. Kvalita cyklického trimeru fenylisokyanátu jaké se dosahuje dle postupů popsaných v čs. AO 169 258 a AO 202 899 je ve většině případů dostačující. Avšak kontinuální proces polymerace kaprolaktamu dle čs. AO 177 763 a AO 218 359, při němž je dosahováno postpolymerací vysoké konverze za současně dosažení vysoké stability viskozity taveniny, je založen na vyváženosti vedlejších reakcí. Takový proces je pak velice citlivý na jakékoli porušení reakčních podmínek, zejména na změny koncentrací katalytického systému včetně cizích látek (nečistot). Je proto nezbytné, aby cyklický trimer fenylisokyanátu dosahoval pro tyto účely konstantní a vysoké čistoty.

Nedostatky v kvalitě cyklického trimeru fenylisokyanátu, vyrobeného dle čs. AO 169 258 nebo čs. AO 202 899, lze odstranit dle vynálezu tím, že se technický produkt rozpustí v chlorovaných uhlovodících a odfiltruje, čímž se odstraní nerozpustné nečistoty jako je difenylmočovina a nerozpustné látky (částice) obsahující hliník. Ostatní nečistoty se odstraní z pevného zbytku po odpaření rozpouštědla z roztoku tak, že se zbytek rozmíchá s etanolem na kaši, která se odfiltruje a usuší. Způsobem podle vynálezu se získá cyklický trimer fenylisokyanátu v čistotě 98 % až 100 % a je proto zvlášť vhodný pro použití jako aktivátor kontinuální polymerace epsílon-kaprolaktamu dle čs. AO 177 763 a AO 218 359 pro výrobu polykaprolaktamu s nízkým obsahem monomeru a vysokou stabilitou viskozity taveniny. Další výhodou způsobu čištění cyklického trimeru fenylisokyanátu dle vynálezu je jednoduchost provedení v běžných aparaturách za použití levných rozpouštědel, které se dají použít opakovaně.

P ř í k l a d

Cyklický trimer fenylisokyanátu, vyrobený dle čs. AO 169 258, obsahující dle stanovení kapalinovou chromatografií 0,14 % hmot. fenyluretanu metoxyetanolu, 1,88 % hmot. fenyluretanu etanolu, 1,74 % hmot. difenylmočoviny a dvou dalších nečistot (0,03 a 0,1 % hmot.), kterými jsou pravděpodobně odpovídající allofanát a trifenylbiuret, byl rozpouštěn v desetinásobném množství chloroformu (nebo trichloetylenu, perchloretylénu), přidán karborafin a zfiltrováno, čímž byly odstraněny nerozpustné nečistoty. Z čirého filtrátu byl chloroform oddestilován při 100 až 110 °C za míchání. K suchému odparku byl přidán etanol v množství 10 ml na 10 g odparku, rozmícháno a vzniklá kaše odfiltrována a usušena. Tím byly odstraněny uretanové a ostatní rozpustné nečistoty. Takto přečištěný cyklický trimer fenylisokyanátu neobsahoval dle kapalinové chromatografie již žádnou nečistotu.

Kvalita takto přečištěného cyklického trimeru fenylisokyanátu pro použití jako aktivátoru pro výrobu poly-(epsílon-kaprolaktamu) dle čs. AO 177 763 a AO 218 359 byla srovnána s kvalitou výchozího trimeru a standardu (čistota 100 %). Všechny tři vzorky byly použity jako aktivátory aniontové polymerace epsílon-kaprolaktamu provedené za těchto podmínek: Polymerační směs obsahovala 0,2 % mol. sodné soli epsílon-kaprolaktamu a 0,8 % mol aktivátoru. Polymerační směsi byly v inertní atmosféře naplněny ampule a zataveny. Postupně byly temperovány 3 minuty ve vroucí vodní lázni, 3 minuty na $220 \pm 0,2$ °C, 2 minuty na $150 \pm 0,2$ stupňů C a 2 hodiny na $180 \pm 0,2$ °C, stanoven polymerační stupeň a jeho změna při přetavení při 250 °C po dobu 5 minut. U standardu a přečištěného trimeru činila změna viskozity taveniny pouze 0,95 % a 1,0 %, zatímco u výchozího trimeru 7,7 % (uvedené hodnoty představují změnu polymeračního stupně).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění cyklického trimeru fenylisokyanátu, vyznačený tím, že se rozpustí v chlorovaných uhlovodících, kterými jsou zvláště chloroform, trichloretylén a perchloretylén, oddělí filtrací od nerozpustných nečistot s výhodou v přítomnosti sorbentů, z čírého filtrátu odpaří rozpouštědlo a zbytek rozmíchá s etanolem na kaši, která se odfiltruje a usuší.