

2
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48950

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 24. II. 1962 (P 98 359)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 9. XII. 1964

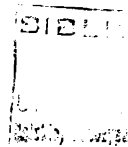
Kl.

39 ^{05, 20/14}

MKP

C 08. g ^{20/14}

UKD



Właściciel patentu: VEB Filmfabrik Agfa Wolfen, Wolfen (Niemiecka
Republika Demokratyczna)

Sposób bezciśnieniowej ciągłej polimeryzacji ϵ -kapolaktamu

1

Wynalazek dotyczy wytwarzania poliamidu przez bezciśnieniowe ciągle polimeryzowanie ϵ -kapolaktamu tak, jak to się stosuje na przykład w tak zwanych rurach VK. Przy stosowaniu rur VK, które najczęściej pracują w temperaturach 260°C, i z okresami przepływu wynoszącymi mniej więcej 30 godzin, otrzymuje się przy stosowaniu dodatku wody, bez stabilizatora, poliamid o względnej lepkości roztworu w kwasie siarkowym, wynoszącej mniej więcej 2,30. Przy stosowaniu tak zwanych rur strefowych (patrz na przykład polski opis patentowy nr 40926) otrzymuje się w takich samych warunkach poliamid o wyższej lepkości względnej roztworu, wynoszącej mniej więcej 2,50. Zwiększenie lepkości można też osiągnąć przez dodanie katalizatorów, korzystnie adypinianu sześciometylenodwuaminy, jeśli roztopiony kapolaktam przepuszcza się przez rury stosunkowo wolno.

Obecnie stwierdzono, że przy bezciśnieniowej, ciągłej polimeryzacji ϵ -kapolaktamu w rurach VK, lub w rurach strefowych, bez stosowania katalizatorów, uzyskuje się poliamid o niespodziewanie wysokich lepkościach na przykład o lepkości roztworu wynoszącej 3,0 i więcej, jeżeli na początku polimeryzacji w pierwszej części rury nasypowej, stop kapolaktamu, pod jego powierzchnią, utrzymuje się w temperaturze pomiędzy 240° a temperaturą wrzenia ϵ -kapolaktamu (272°C) na przykład za pomocą dodatkowego grzejnika. Takie postępowanie powoduje to, że stop podczas spływania

2

z góry na dół w początkowej fazie reakcji, stosunkowo szybko zostaje doprowadzony do przewidzianej temperatury polimeryzacji, na przykład 260°C. Szczególnie jest korzystnie, jeżeli temperaturę ścianek rur w przestrzeni gazowej, a więc powyżej powierzchni stopu, utrzymuje się pomiędzy 200—260°C.

Przy danej sprawności cieplnej przez regulowanie ilości przepływu stopionego laktamu osiąga się pożądaną lepkość. W celu uniknięcia strat kapolaktamu korzystne jest ciągle doprowadzanie z gazowej przestrzeni do kolumny frakcjonującej, mieszaniny pary wodnej i pary kapolaktamu, który wtedy płynie z powrotem do rury, podczas gdy woda jest odprowadzana poprzez zamknięcie hydrauliczne.

Sposób według wynalazku umożliwia nie tylko wzrost lepkości oraz zwiększenie wydajności aparatu do polimeryzacji, pracującego bezciśnieniowo i w sposób ciągły, lecz także uzyskanie polimeru o polepszonej równomierności lepkości. Ponadto stosunkowo wysokie temperatury w pierwszej strefie polimeryzacji nie tylko zapobiegają przenikaniu stopionego, wprowadzanego w praktyce w temperaturze około 100°C laktamu do głębszych stref, lecz powodują również praktycznie całkowite odwodnienie stopionego laktamu w strefie górnej. Nie występuje więc nie tylko turbulencja wywołwana zwykle różnymi ciężarami właściwymi reagentów, lecz również mieszanie wywołane unoszą-

cymi się pęcherzykami gazu. Ponieważ ponadto temperaturę ścian rury w przestrzeni gazowej utrzymuje się poniżej temperatury kondensacji ϵ -kaprolaktamu, osiąga się opłukiwanie ścian przez kondensat, a ściany rur w przestrzeni gazowej pozostają całkowicie wolne od osadów, które mogłyby zanieczyścić stopiony laktam.

Jeżeli poniżej lustra stopionego laktamu umieszcza się osobny grzejnik, korzystne jest, gdy grzejnik jest płaski. Przykładem takiego elementu grzejnego jest spiralnie wygięta rura Bakкера, podobnie jak w ruszcie do topienia w maszynach przędzalniczych. Korzystne jest do tego stosowanie elektrycznych prętów grzejnych posrebrzanych lub za-

opatrzonych w płaszcz ze stali szlachetnej. Można oczywiście stosować także inne układy grzejne.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób bezciśnieniowej ciągłej polimeryzacji ϵ -kaprolaktamu w rurach VK lub rurach strefo-
wych, znamienny tym, że w początkowym okresie polimeryzacji stop kaprolaktamu pod jego powierzchnią, utrzymuje się w temperaturze pomiędzy 240° a temperaturą wrzenia ϵ -kaprolaktamu, na przykład za pomocą dodatkowego grzejnika, a temperaturę ścianek rurowych w przestrzeni gazowej utrzymuje się pomiędzy 200 a 260°C .

