



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 638

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 103/50

(22) Přihlášeno 29 12 87

(21) PV 10 044-87.J

(40) Zveřejněno 10 02 89

(45) Vydáno 15 12 89

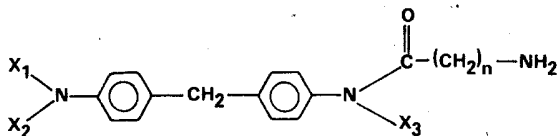
(75)

Autor vynálezu

MAREK PETR ing. CSc., ČELÁKOVICE, JELÍNEK VÁCLAV ing.,
DVOŘÁK VLADIMÍR, PRAHA

(54) Způsob výroby aminoamidů

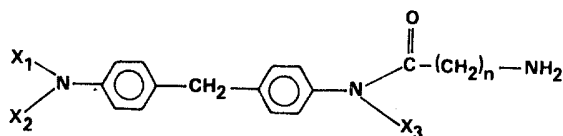
(57) Způsob výroby aminoamidů podle vynálezu spočívá v hydrolýze taveniny laktamu obecného vzorce, kde $n = 3$ až 12, za přítomnosti organické a/nebo anorganické kyseliny a/nebo jejich kyselých solí, jejichž disociační konstanta K je větší než $1 \cdot 10^{-5}$, v množství 0,01 až 10 % hmot. a po dobu 5 až 30 min. Směs se poté zahřeje na 100 až 150 °C, přidá se diaminodifenylmetan v molárním poměru 1:1 až 1:4 vztaženo na výchozí laktam a nechá se 5 až 30 min. reagovat. Reakce může probíhat i za přítomnosti nízkomolekulární anilinoformaldehydové pryskyřice. Takto vyrobené aminoamidy se používají jako tvrdidla epoxidových pryskyřic a jako modifikanty aminoplastů.



Vynález se týká způsobu výroby aminoamidů pro použití při výrobě reaktoplastů.

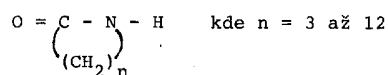
Aminoamidy jsou perspektivní komponenty pro přípravu polymerů se specifickými požadavky na jejich užitné a reologické vlastnosti. Používají se zejména jako tvrdidla epoxidových pryskyřic a lisovacích hmot a modifikanty aminoplastů. Dosavadní způsoby jejich výroby jsou značně složité, např. podle DE-OS 2 627 070 vycházejí z reakce nenasyčených mastných kyselin, polyalkylenpolyamidu isophorendiaminu. Navíc výchozí suroviny jsou obtížně dostupné a drahé.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby aminoamidů obecného vzorce



kde x_1, x_2, x_3 je $-H$, nebo $\begin{array}{c} -C-(CH_2)_n-NH_2 \\ \parallel \\ O \end{array}$

a $n = 3$ až 12 . Podstata způsobu spočívá v tom, že tavenina laktamu obecného vzorce



se hydrolyzuje za přítomnosti organické a/nebo anorganické kyseliny s disociační konstantou K větší než $1 \cdot 10^{-5}$ nebo za přítomnosti jejich kyselých solí, a to v množství $0,01$ až 10 % hmot., a po dobu 5 až 30 min. Směs se potom zahřeje na 100 až 150 °C, přidá se diaminodifenylmetan v molárním poměru $1:1$ až $1:4$ vztaheno na výchozí latkam a směs se nechá 5 až 30 minut reagovat. Podle dalšího významu reakce probíhá za přítomnosti nízkomolekulární anilinoformaldehydové pryskyřice o teplotě tání 35 až 111 °C, a to v množství 0 až 35 % hmot., vztaheno na obsah diaminodifenylmetanu.

Způsob výroby aminoamidů podle vynálezu je blíže osvětlen na následujících příkladech.

P ř í k l a d 1

K roztaveným 100 g čistého 6-kaprolaktamu o teplotě 80 °C se přidá $1,1$ g kyseliny mravenčí 80% , po 20 minutách se tavenina ohřeje během pěti minut na 132 °C, přidá se $151,15$ g diaminodifenylmetanu a po 20 minutách se tavenina nalije na hliníkovou fólii a po ztuhnutí se rozemele na prášek. Aminoamid vykazuje interval tání 38 až 66 °C, bod tání 53 °C a entalpii tání $79,168 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$, jak bylo stanoveno metodou DSC.

P ř í k l a d 2

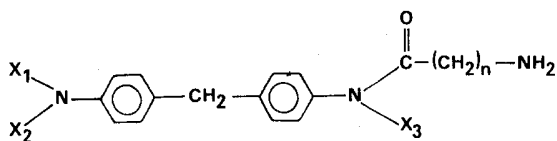
K roztaveným 100 g 8-kaprylolaktamu o teplotě 90 °C se přidá amonná sůl kyseliny p-toluensulfonové v množství 5 g. Po 15 minutách se přidá $47,5$ g technického diaminodifenylmetanu - výrobní označení MDAP, který obsahuje 20 % anilinoformaldehydové pryskyřice. Směs se během deseti minut ohřeje na teplotu 120 °C a nechá 30 minut reagovat. Kapalný aminoamid je charakterizován bodem tuhnutí $+7,2$ °C. Takto připravený aminoamid lze izolovat z lihového roztoku krystalizací nebo vysrážením vodou.

P ř í k l a d 3

K roztaveným 100 g 12-laurolaktamu o teplotě 100 °C se přidá 7 g kyseliny octové, po 25 minutách se tavenina ohřeje během pěti minut na 132 °C, přidá se 170 g diaminodifenylmetanu a po 20 minutách se tavenina ochladí. Vzniklý aminoamid vykazuje interval tání 15 až 29 °C, bod tání 21 °C a entalpii tání $63,517 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$, jak bylo stanoveno metodou DSC.

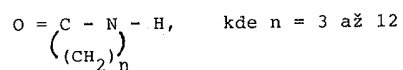
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby aminoamidů obecného vzorce



kde x_1, x_2, x_3 je -H nebo $-\text{C}(=\text{O}) - (\text{CH}_2)_n - \text{NH}_2$

a $n = 3$ až 12 , vyznačený tím, že tavenina laktamu obecného vzorce



se hydrolyzuje za přítomnosti $0,01$ až 10% hmot. organické a/nebo anorganické kyseliny a/nebo jejích kyselých solí o disociační konstantě K větší než $1 \cdot 10^{-5}$, po dobu 5 až 30 minut, načež se směs zahřeje na teplotu 100 až 150°C , přidá se diaminodifenylmetan v molárním poměru $1:1$ až $1:4$ vztaženo na výchozí laktam a směs se nechá 5 až 30 minut reagovat.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že reakce probíhá za přítomnosti nízkomolekulární anilinformaldehydové pryskyřice o teplotě tání 35 až 111°C v množství 0 až 35% hmot. vztaženo na obsah diaminodifenylmetanu.