



Patent dodatkowy
do patentu nr 72311

Zgłoszono: 03.02.73 (P. 162666)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.74

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1977

MKP C08g 33/14

Int Cl.² C08G 75/20

Twórcy wynalazku: Zbigniew Brzozowski, Gabriel Rokicki

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania polisulfonów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania polisulfonów na drodze polikondensacji prowadzonej w polarnym rozpuszczalniku organicznym bisfenolanów z bis(halogenofenylo)sulfonami, stanowiący uzupełnienie przedmiotu wynalazku opatentowanego za nr 72311.

Sposób otrzymywania polisulfonów, według patentu nr 72311, polega na tym, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się związek alkaliczny w ilości 0,01—5% wagowych, korzystnie amidek sodu lub amidek potasu. Związki te reagując z wodą obecną w środowisku reakcji tworzą odpowiednie wodorotlenki, które jako dodatkowe alkalia służą do rekonstruowania fenolanów bisfenoli przekształcanych dalej na drodze hydrolizy, w postaci wolnego bisfenolu. Dzięki temu proces polikondensacji przebiega z dużą wydajnością w stosunkowo niskiej temperaturze lecz otrzymane w ten sposób polisulfony, mimo ich niewątpliwych zalet mają niedostateczną stabilność, wyrazem czego jest niższa temperatura rozkładu uzyskanych polimerów.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie tej wady. Stwierdzono, że stabilność polisulfonów można wydatnie poprawić dodając do mieszaniny reakcyjnej tlenków metali ziem alkalicznych, np. tlenek wapnia lub tlenek magnezu lub tlenek baru, w ilości 0,5—10% wagowych. Związki te spełniają dodatkową rolę stabilizatorów.

2

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony na przykładach wykonania.

Przykład I. W reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, termometr oraz bełkotkę, umieszcza się 11,42 g (0,05 mola) bisfenolu A, 35 ml dwumetylo-sulfotlenku i 75 ml chlorobenzenu. Całość umieszcza się w łaźni ze stopu Wooda z regulacją temperatury za pomocą termometru kontaktowego. Zawartość miesza się w atmosferze azotu doprowadzonej poprzez bełkotkę i ogrzewa do temperatury 70°C, aż do całkowitego rozpuszczenia się bisfenolu A. Po uzyskaniu jednorodnego roztworu do reaktora wkrapla się z biurety mianowany roztwór NaOH, zawierający 0,1 mola wodorotlenku sodowego. Następnie wodę w postaci azeotropu z chlorobenzenem oddestylowuje się w temperaturze 80—130°C, otrzymuje się lepki klarowny roztwór soli sodowej bisfenolu A. W drugim etapie do mieszaniny reakcyjnej dodaje się 0,1 g amidku sodowego i 0,5 g tlenku wapniowego w 2 ml suchego dwumetylosulfotlenku. Po 5 minutach mieszania do reaktora wkrapla się gorący roztwór zawierający 14,35 (0,05 mola) i bis(pchlorofenylo)sulfonu w 15 ml suchego chlorobenzenu. Chlorobenzen oddestylowuje się i utrzymuje się w ciągu 3 godzin temperaturę 140°C. W miarę upływu czasu lepkość roztworu rośnie i wypada osad NaCl. Otrzymaną mieszaninę rozcieńcza się 150 ml chloroku metylenu i wylewa do 1 l intensywnie mieszanego metanolu, otrzymując polisulfon w posta-

ci białych kłaczków. Lepkość zredukowana polisulfonem mierzona w chloroformie dla stężenia 0,2 g/100 ml roztworu i w temperaturze 25°C wynosi 0,65. Temperatura rozkładu polimeru wyznaczana metodą termograwimetryczną wynosi 415°C.

Przykład II. Syntezę prowadzi się w identyczny sposób jak w przykładzie I, z tą różnicą, że w drugim etapie procesu zamiast amidku sodowego i tlenku wapniowego dodaje się 0,8 g tlenku magnezu, a do azeotropowania wody używa się o-ksylenu. Lepkość zredukowana polisulfonu w chloroformie dla stężenia 0,2 g/100 ml roztworu i w temperaturze 25°C wynosi 0,6. Temperatura rozkładu polimeru wyznaczana metodą termograwimetryczną wynosi 420°C.

Przykład III. Syntezę prowadzi się w identyczny sposób jak w przykładzie I z tą różnicą, że na początku drugiego etapu zamiast 0,5 g tlen-

ku wapniowego dodaje się 0,6 g tlenku barowego. Lepkość zredukowana polisulfonem w chloroformie do stężenia 0,2 g/100 ml roztworu i w temperaturze 25°C wynosi 0,65. Temperatura rozkładu polimeru wyznaczona metodą termograwimetryczną wynosi 420°C.

Zastrzeżenie patentowe

10 Sposób otrzymywania polisulfonów polegający na tym, że do mieszaniny reakcyjnej zawierającej bisfenole i bis(halogenofenylo)sulfony w polarnym rozpuszczalniku organicznym, dodaje się związek silnie alkaliczny w ilości 0,91—5% wagowych, ko-
15 rzystnie amidek sodu lub amidek potasu według patentu nr 72311, **znamienny tym**, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się tlenki metali ziem alkalicznych w ilości 0,5—10% wagowych.