

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 103202

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.06.77 (P. 198610)

Pieruszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 24.04.78

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1981

Int. Cl². C08G 2/26
C07C 103/58

Int. Cl³. C08G 2/26
C08G 12/04
C07C 103/58

CZYTELNIA

Twórcy wynalazku: Zygmunt Wirpsza, Barbara Okła, Augustyn Czarnkowski

Uprawniony z patentu : Politechnika Świętokrzyska,
Kielce (Polska)

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób wytwarzania poli/metylenoakryloamidu/

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania poli/metylenoakryloamidu/ bez użycia akryloamidu. Akryloamid otrzymuje się przez uwodnienie akrylonitrylu. Poli/metylenoakryloamid/ otrzymywano zaś dotychczas przez polikondensację akryloamidu z formaldehydem z wydzieleniem wody w środowisku kwaśnym.

W sposobie według wynalazku, stwierdzono, że zamiast przeprowadzać powyższe dwie reakcje można poli/metylenoakryloamid/ otrzymać bezpośrednio w jednej reakcji akrylonitrylu z formaldehydem wobec kwasu, korzystnie siarkowego, przy czym nie wydzielają się wówczas żadne substancje uboczne. Zaletą procesu jest więc znaczne uproszczenie i potaniecie sposobu wytwarzania poli/metylenoakryloamidu/.

Stosunek molowy akrylonitrylu do formaldehydu powinien wynosić 0,5–2,0:1, korzystnie 0,9–1,1:1 zaś reakcja przebiega w temperaturze 273–453 K, korzystnie 293–373 K wobec 0,01–2,0 moli kwasu, korzystnie 0,5 mola stężonego kwasu siarkowego. Formaldehyd może być stosowany w postaci roztworu wodnego lub wodno-alkoholowego, stałego polimeru formaldehydu lub trioksanu. Po zakończeniu reakcji mieszaninę reakcyjną zobojętnia się a produkt reakcji oczyszcza lub wydziela znanymi sposobami, na przykład przez zagęszczenie, ekstrakcję, sączenie.

Aby zapobiec polimeryzacji wiązań nienasyconych podczas syntezy, do mieszaniny reakcyjnej należy wprowadzić niewielkie ilości inhibitorów polimeryzacji rodnikowej, na przykład hydrochinonu.

Przykład 1. W kolbie trój szyjnej o pojemności 500 ml umieszcza się 1 mol (55 g) stabilizowanego inhibitorem polimeryzacji akrylonitrylu i 1 mol 36-procentowej formaliny. W temperaturze 283–293 K, ciągle mieszając wkrapla się 0,5 mola (49 g) stężonego kwasu siarkowego chłodząc całość tak aby temperatura reakcji nie przekroczyła 303 K. Po wdropleniu kwasu mieszaninę reakcyjną utrzymuje się przez 60 minut w temperaturze 303 K, po czym ogrzewa przez godzinę pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 358–368 K, a następnie zobojętnia alkoholowym roztworem NaOH. Mieszaninę rozcieńcza się równą wagowo ilością toluenu po czym odsącza wytrącony osad. Części lotne z przesączu oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 333–343 K. Otrzymuje się 50,0 g ciekłej żywicy koloru brązowego o konsystencji miodu, o liczbie jodowej 296 i masie cząsteczkowej 417 co odpowiada średniemu stopniowi polikondensacji 5.

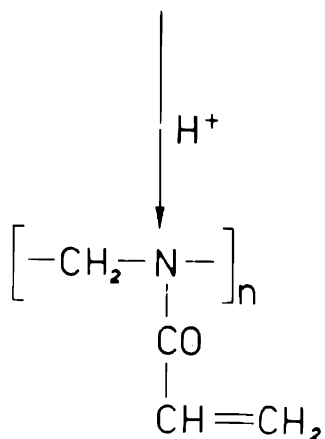
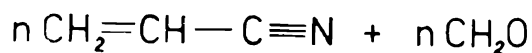
Przykład II. Postępowanie analogiczne jak w Przykładzie I z tym, że zamiast 1 mola formaliny używa się 33 g 90-procentowego paraformaldehydu. Otrzymuje się produkt o analogicznych właściwościach.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania poli/metylenoakryloamidu/, z n a m i e n n y t y m, że 1 mol akrylonitrylu poddaje się reakcji z 0,5–2,0 molami, korzystnie z 0,9–1,1 mola formaldehydu w temperaturze 273–453 K, korzystnie 293–373 K wobec 0,01–2 moli kwasu, korzystnie 0,5 mola stężonego kwasu siarkowego, po czym mieszaninę reakcyjną zobojętnia się a produkt reakcji oczyszcza i/lub wydziela znanymi sposobami.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako źródło formaldehydu używa się roztwór wodny lub wodno-alkoholowy formaldehydu, stały polimer formaldehydu lub trioksan.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że reakcję prowadzi się w obecności inhibitora lub inhibitorów polimeryzacji rodnikowej.



Rys