



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

Int. Cl.³ C08G 69/20

Zgłoszono: 83 09 22 (P. 243886)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 84 08 13

Opis patentowy opublikowano: 1986 09 30

Twórca wynalazku: Piotr Biernacki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania kopoliamidów

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kopoliamidów stosowanych do wytwarzania włókien oraz folii.

Znane są sposoby otrzymywania kopoliamidów z laktamów polegające na ogrzewaniu substratów z dodatkiem wody i kwasów organicznych lub nieorganicznych w temperaturze 290 — 330°C, pod zwiększonym ciśnieniem rzędu od kilku do kilkudziesięciu atmosfer, a następnie w atmosferze gazu obojętnego pod normalnym lub zmniejszonym ciśnieniem. Reakcję prowadzi się w czasie od kilku do kilkudziesięciu godzin, przy czym zwykle stosuje się mieszanie.

Niedogodnością znanych sposobów jest stosowanie podwyższonego ciśnienia, stosunkowo wysokich temperatur i dość długich czasów reakcji dla osiągnięcia dużego stopnia przereagowania laktamów.

Sposób otrzymywania kopoliamidów według wynalazku polega na tym, że do mieszaniny koprolaktamu i laurynolaktamu wprowadza się związek o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w ilości 1-3% wagowych, a następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w atmosferze gazu obojętnego, w środowisku bezwodnym pod ciśnieniem atmosferycznym, w temperaturze 280-282°C, w czasie 8-16 godzin. W sposobie według wynalazku stosuje się 35-36 części wagowych kaprolaktamu na 65-64 części wagowe laurynolaktamu. Związek o wzorze ogólnym, przedstawionym na rysunku, spełnia w sposobie według wynalazku funkcję katalizatora i regulatora masy cząsteczkowej i jest otrzymywany w reakcji między laurynolaktamem a kwasem fosforowym, przy czym stosunek molowy laurynolaktamu do kwasu jest najkorzystniejszy przy 1:1.

Sposób według wynalazku zapewnia otrzymanie kopoliamidów z dużą wydajnością rzędu 95-96% o dobrych właściwościach włóknotwórczych, nadających się również do otrzymywania folii, w procesie, w którym wyeliminowano nadciśnienie, wysokie temperatury i długi czas reakcji. Zmiana ilości katalizatora zezwala na regulowanie masą cząsteczkową i lepkością otrzymanego kopoliamidu. Lepkość względna, mierzona w 0,5% roztworze m-krezolu, w temperaturze 25°C, wynosi 1,5-1,9. Zmiana składu wyjściowej mieszaniny zezwala na regulowanie właściwościami otrzymywanego kopoliamidu, a zwłaszcza jego temperaturę topnienia w zakresie 134-220°C.

Sposób według wynalazku ilustruje podany niżej przykład.

Przykład. 0,1 mola laurylolaktamu rozpuszczono w 0,7 mola benzenu w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Po ostygnięciu roztworu do 50°C wprowadzono 0,1 mola kwasu fosforowego w postaci 85% kwasu fosforowego. Mieszaninę ogrzewano w temperaturze wrzenia w czasie 30 minut. Oddestylowano azeotrop benzen-woda, a następnie 0,1 mola odwodnionego benzenu. Mieszaninę pozostawiono do stygnięcia, po czym rozdzielono na dwie warstwy. Zdekantowano górną warstwę benzenową, przy czym dolna warstwa przechodziła ze stanu ciekłego w twarde krystaliczne, higroskopijne, białe ciało stałe katalizatora o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku.

Do reaktora wprowadzono 36 części wagowych kaprolaktamu i 64 części wagowe laurylolaktamu. Przez 20 minut przepuszczano azot. Powoli stopiono mieszaninę laktamów w atmosferze azotu i dodano 1,5 części wagowej otrzymanego wyżej katalizatora. Mieszaninę reakcyjną, w atmosferze azotu i pod ciśnieniem atmosferycznym ogrzewano w temperaturze 280°C w czasie 11 godzin. Otrzymano przezroczysty kopoliamid, w którym ilość nieprzereagowanych laktamów nie przekraczała 5%, o temperaturze topnienia 134°C i lepkość względną 1,7-1,9 (oznaczenie w m-krezolu w temperaturze 25°C przy stężeniu 0,5 g/100cm³ roztworu).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kopoliamidów drogą kapolimeryzacji kaprolaktamu i laurylolaktamu, w atmosferze gazu obojętnego, **znamienny tym**, że kapolimeryzację prowadzi się w obecności 1-3% wagowych katalizatora o wzorze ogólnym, przedstawionym na rysunku, otrzymanego w reakcji między laurylolaktamem a kwasem fosforowym, najkorzystniej przy stosunku molowym 1:1, przy czym kapolimeryzację prowadzi się w środowisku bezwodnym, pod ciśnieniem atmosferycznym przez ogrzewanie w temperaturze 280-282°C w czasie 8—16 godzin.

