



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

219663

(11)

(B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

(22) Prihlášené 14 11 80

(21) (PV 7724-80)

(40) Zverejnené 27 08 82

(45) Vydané 01 12 85

(51) Int. Cl.³

C 08 G 69/24

(75)

Autor vynálezu

BERNÁTOVÁ MÁRIA ing., POPRAD, ŠANDA KAREL ing.,
STARIGAZDA JÁN ing., SVIT

(54) Spôsob prípravy alkalickej soli 2-pyrolidónu

Spôsob prípravy alkalickej soli 2-pyrolidónu v 2-pyrolidóne z 2-pyrolidónu na podklade alkalickeho kovu pre prípravu polymerizačnej zmesi vhodnej pre prípravu polypyrolidónu tak, že 2 až 30 % mol bázy sa rozpustí v 70 až 98 % mol 2-pyrolidónu pri teplote 25 až 95 °C v priebehu doby t , vyhovujúcej vzťahu $0,0009 t + 0,002 \leq X \leq 0,0044 t + 0,058$, kde t je doba rozpúšťania bázy v 2-pyrolidóne v minútach; X je množstvo hydrolýzou vzniknutej alkalickej soli kyseliny 4-aminobutánovej ležiace v rozpúšťadle od 0,002 do 0,2 mmolov na 1 gram reakčnej zmesi.

Vynález sa týka spôsobu prípravy alkalickéj soli 2-pyrolidónu v 2-pyrolidóne z 2-pyrolidónu a bázy pre prípravu polymerizačnej zmesi vhodnej pre prípravu polypyrolidónu.

V patentovej literatúre možno nájsť mnohé údaje týkajúce sa zloženia iniciačného systému pre aniónovú polymerizáciu 2-pyrolidónu. Tak je to napr. v patente USA 3 683 046, v ktorom je chránená kombinácia kyslíčnika uhličitého s aktívatormi N-acyllaktámového typu.

Zaujímavé je použitie samotného KHCO_3 podľa patentu USA 3 890 280. Je to látka, ktorá by v sebe mohla zahrňovať vlastnosti iniciátora a aktívatora k vyvolaniu polymerizácie 2-pyrolidónu.

Doteraz nie sú uvedené údaje o spôsobe prípravy alkalickéj soli 2-pyrolidónu z 2-pyrolidónu a bázy, t. j. o vhodných podmienkach pre jeho prípravu pri súčasnej tvorbe vedľajších produktov v takých množstvách, ktoré by boli ešte prijateľné pre zdarný priebeh polymerizácie 2-pyrolidónu.

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy alkalickéj soli 2-pyrolidónu, t. j. iniciátora aniónovej polymerizácie 2-pyrolidónu v 2-pyrolidóne z 2-pyrolidónu a bázy na podklade alkalického kovu, ktorá sa v množstve 2 až 30 % mol rozpustí v 70 až 98 % mol 2-pyrolidónu pri teplote 25 až 95 °C za prípadného miešania reakčnej zmesi v priebehu doby t vyhovujúcej vzťahu

$$0,0009 t + 0,002 \leq X \leq 0,0044 t + 0,058,$$

kde t je doba rozpúšťania bázy v 2-pyrolidóne v minútach a

X je množstvo hydrolýzou vzniklej alkalickéj soli kyseliny 4-aminobutanovej, ležiace v rozmedzí od 0,002 do 0,2 mmolov na 1 gram reakčnej zmesi.

Spôsob stanovenia obsahu alkalickéj soli kyseliny 4-aminobutanovej v polymerizačnej zmesi pre prípravu polyamidu-4 je predmetom čs. AO 219662 (viď. príklad 4).

Prvou operáciou pre prípravu iniciátora alkalickéj soli 2-pyrolidónu je rozpúšťanie lúhu v pevnej forme v 2-pyrolidóne. Voda, ktorá vzniká vzájomnou reakciou lúhu a 2-pyrolidónu spolu s vodou, ktorú mohli prípadne obsahovať obidve reagujúce zložky, môže podľa podmienok v akých sa systém nachádza, vyvolávať vo väčšej alebo menšej miere prebiehajúce hydrolytické deje. Keďže prostredie je alkalické, v systéme sú vytvorené podmienky pre hydrolýzu monoméru 2-pyrolidónu za vzniku soli kyseliny 4-aminobutanovej. Jej množstvo v systéme narastá so zvyšujúcou sa teplotou a dobou rozpúšťania lúhu v 2-pyrolidóne, pričom súčasne dochádza k znižovaniu koncentrácie účinnej zložky iniciátora. Ako bolo zistené nad určitú koncentráciu, produkt hydrolýzy značne ovplyvňuje priebeh polymerizácie a vlastnosti polyméru.

Pri voľbe teplôt z uvedeného intervalu 25 až 95 °C a tým limitovaných časov rozpúšťania lúhu v 2-pyrolidóne, vzniká ešte prípustné množstvo alkalickéj soli kyseliny 4-aminobutanovej, ležiace v intervale 0,002 až 0,2 mmol na 1 gram reakčnej zmesi.

Príklad 1

219663

Do 193,8 g 2-pyrolidónu vytemperovaného na teplotu 25 °C bolo postupne pridávaných 8,72 g 85 %-ného KOH v troch rovnakých častiach v 15 minútových intervaloch. Rozpúšťanie KOH v 2-pyrolidóne bolo prevádzané za teploty 25 °C a súčasného miešania skleneným miešadlom pri 460 otáčkach za minútu. Po 60 minútach teploty a miešania bol všetok KOH v 2-pyrolidóne rozpustený a obsah draselnej soli kyseliny 4-aminobutanovej bol 0,0581 mmol na 1 gram reakčnej zmesi.

Príklad 2

Do 186 g 2-pyrolidónu vytemperovaného na teplotu 60 °C bolo naraz pridávaných 16,74 g 85 %-ného KOH. Rozpúšťanie KOH v 2-pyrolidóne, za súčasného miešania skleneným miešadlom s 520-timi otáčkami za minútu bolo vedené tak, aby teplota reakčnej zmesi nepresiahla 65 °C. Po 25 minútach zahrievania a miešania reakčnej zmesi za uvedených podmienok bol nameraný obsah vzniklej draselnej soli kyseliny 4-aminobutanovej 0,1698 mmol na 1 g reakčnej zmesi.

Príklad 3

Do 310 g 2-pyrolidónu vytemperovaného na teplotu 90 °C bolo pridávaných 8,58 g NaOH p. a. Rozpúšťanie NaOH v 2-pyrolidóne pri tejto teplote, t. j. 90 °C a za miešania skleneným miešadlom s 580-timi otáčkami za minútu bolo ukončené po 5-tich minútach po pridaní NaOH k 2-pyrolidónu. Po tomto čase bol nájdený obsah hydrolýzou vzniklej sodnej soli kyseliny 4-aminobutanovej v reakčnej zmesi 0,089 mmol na 1 g reakčnej zmesi.

Príklad 4

Do 174 g 2-pyrolidónu vytemperovaného na teplotu 80 °C bolo naraz pridávaných 8,26 g 85 %-ného KOH. Rozpúšťanie KOH v 2-pyrolidóne, za súčasného miešania skleneným miešadlom s 220-timi otáčkami za minútu, bolo ukončené po 10 minútach po pridaní KOH k 2-pyrolidónu. Po tomto čase sa odobralo z reakčnej zmesi 11,1786 g vzorky, ktorá sa pridala do odváženej 100 ml odmernej banky s 10 ml prevarenej destilovanej vody. Potenciometrickou titráciou 20 ml vzorky (odpipetovaných z odmernej banky po doplnení vodou po značku) 0,2 M odmerným roztokom HCl boli určené spotreby titračného činidla na nasledovné zložky: spotreba na draselnú soľ 2-pyrolidónu 5,8 ml; spotreba na draselnú soľ kyseliny 4-aminobutanovej 1,5 ml. Zo spotrieb bolo vypočítané, že reakčná zmes obsahuje 0,5188 mmolov draselnej soli 2-pyrolidónu a 0,1342 mmolov draselnej soli kyseliny 4-aminobutanovej.

Rovnakým postupom bol stanovený obsah alkalickéj soli kyseliny 4-aminobutanovej aj v príkladoch 1 až 3.

PREDMET VYNÁLEZU

219663

Spôsob prípravy alkalickéj soli 2-pyrolidónu z 2-pyrolidónu a bázy na podklade alkalického kovu, vyznačujúci sa tým, že 2 až 30 % mol bázy sa rozpustí v 70 až 98 % mol 2-pyrolidónu pri teplote 25 až 95 °C za prípadného miešania reakčnej zmesi v priebehu doby t vyhovujúcej vzťahu

$$0,0009 t + 0,002 \leq X \leq 0,0044 t + 0,058,$$

kde t je doba rozpúšťania bázy v 2-pyrolidóne v minútach a

X je množstvo hydrolýzou vzniklej alkalickéj soli kyseliny 4-aminobutánovej, ležiac v rozmedzí od 0,002 do 0,2 mmolov na 1 reakčnej zmesi.