



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono 27.04.79 (P. 215207)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono 24.03.80

Opis patentowy opublikowano 31.03.1982

Int. Cl.² C08G 73/02/
C08L 63/00

CZYTELNIJA

Urzedu Patentowego
ul. Długa 15
00-101 Warszawa

Twórca wynalazku: Henryk Staniak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

**Sposób wytwarzania małowcząsteczkowych
poliaminoamidów**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania małowcząsteczkowych poliaminoamidów zawierających w cząsteczce grupę hydroksylową.

Małowcząsteczkowe poliaminoamidy otrzymuje się z dimeryzowanych kwasów tłuszczowych lub ich estrów metylowych i polialkilenopoliamin, stosując znaczny molowy nadmiar polialkilenopoliamin w stosunku do dimeryzowanych kwasów. Wymaga to oddestylowania dużego nadmiaru użytej poliamidy po zakończeniu reakcji.

Znane są sposoby zmniejszania masy cząsteczkowej poliaminoamidów przy równoczesnym zmniejszeniu nadmiaru poliaminy przez wprowadzenie do środowiska reakcji monoamin jak na przykład dwuetanoloaminy.

Wprowadzenie monoaminy do środowiska reakcji razem z polialkilenopoliaminą, na przykład z trójetylenoczteroaminą, powoduje, że z dimeryzowanymi kwasami tłuszczowymi przereagowuje tylko część monoaminy, gdyż sumarycznie monoamina i polialkilenopoliamina są w stosunku do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych w nadmiarze molowym.

Wynikiem takiego sposobu prowadzenia procesu jest konieczność oddestylowywania ze środowiska reakcji mieszaniny monoaminy i polialkilenopoliaminy. Skład takiej mieszaniny nie jest zawsze jednakowy, wymaga ona rozdestylowania lub dokładnej kontroli analitycznej i ciągłego korygowania składu przez dodatek odpowiedniej aminy, aby skład wprowadzanych do reakcji amin był zawsze stały, przy czym do środowiska reakcji wpro-

2

wadzana jest zawsze większa ilość monoaminy niż to jest konieczne dla uzyskania efektu zmniejszenia masy cząsteczkowej i lepkości poliaminoamidu. Dodatkową wadą takiego sposobu prowadzenia procesu jest otrzymywanie produktu zawierającego cząsteczki dwustronnie zakończone monoaminą, co jest niepożądane.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że dla uniknięcia tych wszystkich komplikacji i uproszczenia procesu wystarczy wytworzyć najpierw sól przez wprowadzenie przy ciągłym mieszanii alkanoloaminy do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych w ilości od 1 do 10% w stosunku do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych, a następnie stopniowo wprowadzić przy ciągłym mieszanii wytworzoną sól do polialkilenopoliaminy, na przykład trójetylenoczteroaminy korzystnie rozpuszczonej w toluenie, ksylenie lub benzenie. Z polialkilenopoliaminą reagują tylko niezwiązane w postaci soli z alkanoloaminą grupy karboksylowe dimeryzowanych kwasów tłuszczowych. Efektem takiego sposobu postępowania jest zmniejszenie masy cząsteczkowej produktu, a równocześnie całkowite związanie alkanoloaminy bez konieczności oddestylowywania jej z nadmiarem polialkilenopoliaminy. Umożliwia to także otrzymanie produktu pozbawionego cząsteczek dwustronnie zakończonych alkanoloaminą. Dla uzyskania takiego efektu korzystnie stosuje się etanoloaminę lub dwuetanoloaminę w ilości od 4 do 8% wagowych w stosunku do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych. Do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych można dodawać od 1 do 10% wagowych kwasów jedno-

karboksylowych, na przykład oleiny.

Przykład I. Do 1000 g dimeryzowanych kwasów tłuszczowych pod nazwą Empol 1018 wprowadza się podczas ciągłego mieszania 80 g etanoloaminy — temperatura całej masy wzrasta do 65°C. W warunkach tych powstaje sól, którą wprowadza się stopniowo podczas ciągłego mieszania do mieszaniny 1000 g trójetylenoczeroaminy i 100 g toluenu o temperaturze 20°C. Po wprowadzeniu całej ilości soli dimeryzowanych kwasów i etanoloaminy temperatura masy reakcyjnej wynosi 70°C. Zawartość reaktora ogrzewa się stopniowo do temperatury 160°C oddestylowując 50 g wody i 95 g toluenu w postaci azeotropu. Następnie włącza się dopływ azotu i pompę próżniową i w temperaturze stopniowo wzrastającej do 200°C przy ciśnieniu 20 mm Hg oddestylowuje 600 g trójetylenoczeroaminy. Otrzymany produkt ma lepkość 17 600 mPa.s w temperaturze 25°C, liczbę aminową 330 i zawartość wolnej trójetylenoczeroaminy 6,8%.

Przykład II. Do 1000 g dimeryzowanych kwasów tłuszczowych pod nazwą Empol 1018 wprowadza się podczas ciągłego mieszania 50 g etanoloaminy — temperatura całej masy wzrasta do 55°C. Powstała w tych warunkach sól wprowadza się stopniowo podczas ciągłego mieszania do mieszaniny 1000 g trójetylenoczeroaminy i 100 g toluenu o temperaturze 20°C. Po wprowadzeniu całej ilości soli dimeryzowanych kwasów i etanoloaminy temperatura masy reakcyjnej wzrasta do 65°C. Zawartość reaktora ogrzewa się stopniowo do temperatury 160°C oddestylowując 48 g wody i 95 g toluenu w postaci azeotropu. Następnie włącza się dopływ azotu i pompę próżniową i w temperaturze stopniowo wzrastającej do 200°C przy ciśnieniu 200 mm Hg oddestylowuje się 550 g trójetylenoczeroaminy. Otrzymany produkt ma lepkość 18 200 mPa.s w temperaturze 25°C, liczbę aminową 335 i zawartość wolnej aminy 6,5%.

Przykład III. Do mieszaniny 950 g dimeryzowanych kwasów tłuszczowych pod nazwą Empol 1018 i 50 g oleiny wprowadza się podczas ciągłego mieszania 70 g dwuetanoloaminy — temperatura całej masy wzrasta do 50°C. Powstała w tych warunkach sól wprowadza się stopniowo podczas ciągłego mieszania do mieszaniny 750 g dwuetylenotrójaminy i 100 g toluenu o temperaturze 18°C. Po wprowadzeniu całej ilości soli temperatura masy reakcyjnej wzrasta do 60°C. Zawartość reaktora ogrzewa się stopniowo do temperatury 150°C oddestylowując 45 g wody i 95 g toluenu w postaci azeotropu. Następnie włącza się dopływ azotu i pompę próżniową i w temperaturze stopniowo wzrastającej do 190°C przy ciśnieniu 20 mm Hg oddestylowuje się 450 g dwuetylenotrójaminy. Otrzymany produkt ma lepkość 19 000 mPa.s, liczbę aminową 320 i zawartość wolnej aminy 6%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania małowazeczkowych poliaminamidów zawierających w cząsteczce najwyżej jedną grupę hydroksylową z dimeryzowanych kwasów tłuszczowych ewentualnie zawierających kwasy jednokarboksylowe i polialkilenopoliamin oraz alkanoloamin, **znamienny tym**, że najpierw wytwarza się sól alkanoloaminy i dimeryzowanych kwasów tłuszczowych przez wprowadzenie przy ciągłym mieszaniu alkanoloaminy do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych w ilości od 1 do 10% wagowych w stosunku do kwasów, a następnie wytworzoną sól wprowadza się stopniowo do polialkilenopoliaminy, korzystnie rozpuszczonej w toluenie, ksylenie lub benzenie.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako alkanoloaminę korzystnie stosuje się etanoloaminę lub dwuetanoloaminę w ilości 4% do 8% wagowych w stosunku do dimeryzowanych kwasów tłuszczowych.