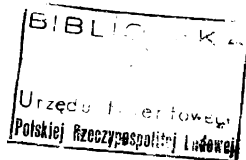


2089 20/10



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44889

Kl. 39 ~~10~~

b5, 20/10

VEB Chemiefaserwerk „Friedrich Engels“

Premnitz, Kreis Rathenow, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania poliamidów

Patent trwa od dnia 21 lipca 1959 r.

Pierwszeństwo: 25 lutego 1959 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Jak wiadomo, w poliamidach otrzymanych przez polimeryzację ϵ -kaprolaktamu i odpowiednich inicjatorów znajduje się przy osiągnięciu stanu równowagi, obok 88–90% wysokich polimerów, jeszcze około 10–12% części niskocząsteczkowych, które składają się z nieprzereagowanego monomerycznego ϵ -kaprolaktamu i oligomerów. Te oligomery, które zawarte są w całym polimeryzacie w ilości około 3–6%, składają się w głównej mierze z cyklicznych di-, tri- i tetramerów, podczas gdy zawartość cyklicznych pentamerów do nonamerów, jak też liniowych oligomerów jest nieznaczna.

Wytworzoną znanymi sposobami z polimeryzatu kaprolaktamu krajankę, szczecinę, nici itp. płucze się w celu usunięcia części niskocząsteczkowych. Wody popłuczne zawierające kaprolaktam i oligomery odparowuje się

i z tak zagęszczonych wód popłucznych przez destylację odzyskuje się kaprolaktam.

Pozostałość z destylacji (I) zawiera około 90% pierścieniowych oligamidów. Nici wyprzędzone w celu wytworzenia włókien ciętych traktuje się w stadium pośrednim odpowiednimi środkami do obróbki zawierającymi oleje, a po pocięciu na pożądaną długość — przemycia. Przy przeróbce tych wód z przemycania w celu odzyskania zawartego w nich laktamu otrzymuje się pozostałość z destylacji (II), która oprócz pierścieniowych oligamidów w zależności od zastosowanego do obróbki środka zawiera jeszcze oleje, tłuszcze, mydła albo inne substancje.

Pozostałości z destylacji (I i II) dotychczas odrzucało się, ponieważ nie było możliwości wykorzystania zawartych w nich cyklicznych oligomerów kwasu ϵ -aminokapronowego.

Stwierdzono, że mieszaniny cyklicznych oligomerów, które częściowo znajdują się w dostatecznie czystej postaci, szczególnie w pozostałości destylacyjnej I, albo które wyosabia się przez oczyszczenie pozostałości destylacyjnych I i II, można wpolimeryzować w polikaprolaktam wytworzony w obecności inicjatorów. Osiąga się to w taki sposób, że cykliczne oligomery z pozostałości destylacyjnych dodaje się do stopniowego laktamu w ilości poniżej 10%, korzystnie 3—5% i w obecności inicjatorów wpolimeryzuje się bez użycia ciśnienia w temperaturze co najmniej 200°C, korzystnie przy 250—260°C, w ciągu normalnego czasu polimeryzacji, to jest w ciągu 12—24 godzin.

Cykliczne oligomery podczas polimeryzacji zachowują się jak sam laktam, to znaczy wpolimeryzowują się w ciągu podanego krótkiego okresu trwania polimeryzacji w normalnych warunkach, przy czym w wytworzonym polimerze nie następuje znaczne podwyższenie zawartości oligomerów.

W celu wyosobnienia cyklicznych (pierścieniowych) oligomerów ogrzewa się przez kilka godzin pozostałości destylacyjne (I i II) np. z wodą, rozcieńczonymi kwasami, albo roztworem ługu sodowego, a po ochłodzeniu odsącza nierozpuszczalne cykliczne oligomery, następnie płucze i suszy. Zawartą jeszcze w mieszaninie

oligomerów z pozostałości destylacyjnej II części olejów albo tłuszczów usuwa się następnie przez obróbkę rozpuszczalnikami organicznymi jak np. tróchloroetylenem.

Dzięki możliwemu według wynalazku powtórnemu zastosowaniu cyklicznych oligomerów kwasu ϵ -aminokapronowego otrzymywanych z wód popłucznych zawierających laktamy, albo z ich pozostałości destylacyjnych, zaoszczędza się przy wytwarzaniu poliamidów odpowiednie ilości świeżego ϵ -kaprolaktamu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania poliamidów, znamieny tym, że mieszaniny cyklicznych oligomerów kwasu ϵ -aminokapronowego otrzymane z wód popłucznych zawierających laktamy lub z ich pozostałości destylacyjnych dodaje się do stopionego laktamu w ilości poniżej 10%, korzystnie 3—5% i w obecności inicjatorów wpolimeryzuje się w znany sposób bez stosowania ciśnienia w temperaturze co najmniej 200°C, korzystnie 250—260°C.

VEB Chemiefaserwerk
„Friedrich Engels”

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy