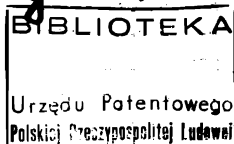




CO89 53/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 48090

Kl. 39 b, 22/04
Kl. internat. C 08 gGorzowskie Zakłady Włókien Sztucznych*)
Przedsiębiorstwo Państwowe39 b⁵, 53/02

Gorzów Wielkopolski, Polska

Sposób wytwarzania droбноziarnistego poliamidu

Patent trwa od dnia 15 grudnia 1962 r.

Stosowane powszechnie metody granulowania poliamidów polegają albo na obróbce mechanicznej (cięcie taśmy lub żyłki, rozdrabnianie na dezintegratorach) albo na ich wytrącaniu z rozтворów nierozpuszczalnikami. Metody te nie spełniają zadania w przypadku konieczności otrzymania granulatu o jednakowych wymiarach ziarn o średnicy rzędu 0,1 — 0,2 mm. Cięcie odpowiednio cienkich żyłek nie daje się zrealizować w sposób opłacalny, a rozdrabnianie w dezintegratorach prowadzi do otrzymania produktu o znacznej zawartości pyłu; rozrzut wielkości ziarn jest przy tym bardzo znaczny, a ich kształt nieregularny, brzegi ziarn postrzępione. Również metody wytrąceniowe nadające się do otrzymywania proszku poliamidowego, dają produkt porowaty, o rozwiniętej powierzchni, mało sypki i nie nadający się do niektórych ce-

lów, a zwłaszcza do powlekania powierzchni metalowych sposobem płomieniowo natryskowym.

Sposób według wynalazku opiera się o spostrzeżenia poczynione przy badaniu działania kwasów mineralnych i organicznych na poliamidy.

Okazało się, że poliamid w postaci przędzy lub cienkiej żyłki poddany działaniu kwasu mineralnego lub organicznego o stężeniu niższym od rozpuszczającego, np. 10—30 procentowego kwasu siarkowego lub 10—50 procentowego kwasu mrówkowego, w ciągu 2—12 godzin, w temperaturze 60—110°C, tak dalece traci wytrzymałość, że może być łatwo roztarty na ziarnisty proszek.

Dobierając odpowiednio stężenie kwasu, temperaturę i czas działania, a mianowicie: dla polikaproamidu stężenie kwasu siarkowego 10—22% a najkorzystniej 18—20%, temperaturę 60—100°C a najkorzystniej 70—75°C i czas reakcji 4—6 godzin, można uniknąć zbyt daleko po-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Wiktor Albrecht.

suniętej kruchości. Następne zobojętnienie kwasu pochłoniętego przez poliamid przeprowadzone działaniem wodnego roztworu amoniaku o stężeniu 0,5—2% w ilości 40 części amoniaku na 100 części kwasu siarkowego zawartego w produkcie — nie usuwa kruchości i poliamid może być rozdrobniony mechanicznie w stanie odkwaszonym.

Stwierdzono również, że korzystnym jest połączenie rozdrabniania z przesiewaniem otrzymanego granulatu przez sita w środowisku wodnym. Otrzymany produkt daje się odmyć od zawartych w nim soli i wysuszyć znanymi metodami. Korzystnym jest przy tym stosowanie temperatur 160—200°C i przepływu gazu obojętnego (azotu, dwutlenku węgla) przez suchy produkt.

Dla uniknięcia utlenienia produktu powodującego zmianę jego barwy na żółto-brunatną korzystnym jest, jak stwierdzono, dodawanie niewielkich ilości związków redukujących (siarczynów sodu lub potasu lub amonu, siarczanu hydroksylaminy) do kąpeli kwaśnej.

Suszony produkt jest sypkim proszkiem o dobrej równomierności ziarn szczególnie przydatnym do powlekania powierzchni metalowych metodą natrysku płomieniowego.

Przykład I. 80 części wagowych poliamidu 6 w postaci przędzy nierozciągniętej o średnicy elementarnego włókienka 0,1 mm zalewa się 450 częściami 18,5%-wego kwasu siarkowego i ogrzewa 4 godziny w 75—80°C. Oddzielony od kwasu (sączenie) i spłukany wodą poliamid pozostawia się na 12—16 godzin w 500 częściach wody zawierającej 6—10 części wagowych amoniaku.

Zobojętniony produkt przeciera się pod wodą przez sito o oczkach $0,15 \times 0,15$ mm. Przetarty produkt odsiewa się na mokro od niewielkiej ilości cząstek drobniejszych (przez sito $0,08 \times 0,08$ mm) i wymywa z niego siarczan amonu przez dwukrotne wypłukanie gorącą wodą (po 500 części wagowych). Przemyty poliamid suszy się 6 godzin w suszarce owiewowej w 185—195°C w atmosferze azotu. Wydajność 70 g.

Przykład II. 80 części wagowych poliamidu 6 w postaci żyłki rozciągniętej o średnicy 0,2 mm zanurza się do 450 części kwasu siarkowego

o zawartości 19,2% kwasu siarkowego oraz 2 części wagowych kwaśnego siarczynu sodowego i ogrzewa 8 godzin w 80—85°C mieszając od czasu do czasu. Dalszy przerób jak w przykładzie I lecz przy użyciu sit o oczkach $0,3 \times 0,3$ mm. Wydajność 68 g.

Przykład III. 70 części wagowych poliamidu 66 w postaci żyłki nierozciągniętej o średnicy 0,15 mm zanurza się w 400 częściach wagowych kwasu siarkowego zawierającego 30% kwasu siarkowego i ogrzewa 8 godzin w 95—100°C. Dalszy przerób jak w przykładzie I lecz przy użyciu sit $0,25 \times 0,25$ mm. Wydajność 63—66 g.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania drobnoziarnistego poliamidu znamieny tym, że poliamid uformowany w postaci żyłki o średnicy 0,05 mm do 0,3 mm poddaje się działaniu kwasu nieorganicznego o stężeniu 10—30% wagowych lub organicznego o stężeniu 10—50% wagowych w ciągu 2—12 godzin w temperaturze 60—110°C następnie po oddzieleniu od kwasu poliamid zobojętnia się wodnym roztworem amoniaku o stężeniu 0,5—2% w ilości 40 części amoniaku na 100 części kwasu siarkowego zawartego w produkcie i rozciera na sitach w środowisku wodnym.
2. Sposób według zastrzeż. 1 znamieny tym, że w przypadku polikaproamidu ogrzewa go się z kwasem siarkowym o stężeniu 10—22% w temperaturze 60—100°C ewentualnie z dodatkiem rozpuszczalnych siarczynów, zwłaszcza K_2SO_3 , $NaHSO_3$ w ilości 0—10 g bezwodnika kwasu siarkowego na litr kwasu.
3. Sposób według zastrzeżeń 1, 2 i 3 znamieny tym, że odkwaszony produkt przeciera się przez sito ze stali nierdzewnej o wymiarach oczek o 30—100% większych od średnicy użytej żyłki poliamidowej.
4. Sposób według zastrzeżeń 1, 2, 3 i 4 znamieny tym, że produkt przetarty odsiewa się w środowisku wodnym od zawiesin drobnych przy zastosowaniu sit o wymiarach oczek 0,07—0,1 mm.

Gorzowskie Zakłady
Włókien Sztucznych
Przedsiębiorstwo
Państwowe