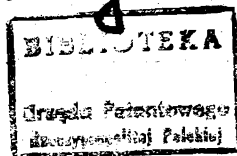


Warszawa, dnia 20 kwietnia 1953 r.

URZĄD PATENTOWY



C08g 20/10

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 35294

Kl. 39

65, 20/10

Považské chemické závody, národní podnik
(Žilina, Czechoslovakia)

Sposób wytwarzania poliamidów

Udzielono patentu z mocą od dnia 24 kwietnia 1950 r.

Pierwszeństwo: 29 kwietnia 1949 r. (Czechoslovakia)

Wiadomo, że wysokocząsteczkowe poliamidy można wytwarzać przez ogrzewanie cyklicznych laktamów o pierścieniu co najmniej 7-mio członowym, w obecności najrozmaitszych katalizatorów. Jako katalizatory stosuje się zazwyczaj odpowiednie aminokwasy tłuszczowe, powstające przez hydrolizę laktamów, lub wodne roztwory tych kwasów. Aminokwasy działają właściwie w ten sposób, że same ulegają polikondensacji i odszczepiają wodę, która dopiero działa jako katalizator polimeryzacji laktamowej, przy czym aminokwas sam również przechodzi w poliamid a woda ostatecznie wyparowuje.

Postępuje się zwykle w ten sposób, że część laktamu hydrolizuje się uprzednio za pomocą wody pod ciśnieniem lub za pomocą pary, ewentualnie w obecności lotnego kwasu nie przeszkadzającego przy dalszej polimeryzacji, po czym wodną mieszaninę reakcyjną dodaje się do laktamu przeznaczonego do polimeryzacji. Hydroliza przeprowadzana za pomocą samej wody przebiega jednak wolno i wymaga wysokich ciśnień i temperatur, przy czym ilość powsta-

jącego aminokwasu zmienia się od przypadku do przypadku tak, że nie można utrzymać stałych warunków w okresie trwania polimeryzacji. Wskutek tego stopień polimeryzacji laktamu bywa różny i otrzymuje się poliamid o różnej lepkości wewnętrznej i w ten sposób podstawowy warunek ciągłej i właściwej produkcji, a mianowicie niezmienna jakość masy przedzonej lub przerabianej w inny sposób, nie może być spełniony.

Lepsze wyniki hydrolizy laktamów osiągnięto przy użyciu wodnych roztworów lotnych kwasów, np. kwasu mrówkowego. Niekorzystną jest jednak zachodząca przy tym znaczna korozja urządzenia a tym samym też zanieczyszczenie polimeru, co prowadzi do pogorszenia jego barwy a także właściwości mechanicznych.

Stwierdzono, że osiąga się wyniki bez zarzutu, jeśli katalizator do polimeryzacji laktamu przygotowuje się przez ogrzanie części laktamu z wodnym roztworem kwasu szczawiowego. Hydroliza przebiega szybko i można ją łatwo przez

zmianę stężenia kwasu szczawiowego, za pomocą temperatury lub ciśnienia albo przez zmianę czasu ogrzewania tak regulować, że zawsze jednakowym warunkom odpowiadają jednakowe wyniki. Korozja zachodzi przy tym w minimalnym stopniu, chociaż kwas szczawiowy jest znacznie silniejszym kwasem niż kwas mrówkowy lub octowy.

W stosowanych temperaturach nie następuje też żaden rozkład, albowiem kwas szczawiowy jest znacznie odporniejszy na temperaturę niż kwas mrówkowy i octowy.

Jeśli wodny roztwór laktamu, np. 6-kaprolaktamu i 0,01—1 mola kwasu szczawiowego (licząc w stosunku do laktamu, ogrzewa się w ciągu 5 godzin w temperaturze 130°C, osiąga się stopień hydrolizy odpowiadający 1—90%. Hydroliza rozpoczyna się już w temperaturze 100°C, przebiega jednak wolno. W temperaturach ponad 130—140°C następuje częściowy rozkład.

Przykład I. 15 części wagowych 6-kaprolaktamu, 150 części wody destylowanej i 0,8 mola kwasu szczawiowego (licząc w stosunku do laktamu) ogrzewa się w zamkniętym naczyniu w ciągu 5 godzin w temperaturze 130°C. 85% laktamu ulega hydrolizie do kwasu 6-aminokapronowego. Otrzymany roztwór dodaje się do dziesięciokrotnej ilości czystego 6-kaprolaktamu i całość ogrzewa bez dostępu tlenu. Po kilku godzinach mieszanina polimeryzuje się na lepki stop, który po oziębieniu tworzy stałą, czysto białą masę, dającą się prząść ze stopu. Wytwo-

rzona włókna, po zorientowaniu przez rozciąganie na zimno, wykazują dużą wytrzymałość na ciągnięcie.

Przykład II. Podaną w przykładzie I ilość 6-kaprolaktamu i wody oraz 0,05 mola kwasu szczawiowego ogrzewa się do temperatury 100°C w ciągu 6½ godzin. 8% laktamu ulega hydrolizie do kwasu 6-aminokapronowego.

Korzyści osiągane przy użyciu kwasu szczawiowego widać wyraźnie przy porównaniu go z kwasem mrówkowym, który użyty w ilości 1 mola na 1 mol laktamu, po 24-godzinnym ogrzewaniu w temperaturze 120°C wywołuje tylko 20%-ową hydrolizę. Można też oczywiście pracować jednostopniowo, a mianowicie w ten sposób, że do laktamu dodaje się niewielką ilość wodnego roztworu kwasu szczawiowego i mieszaninę ogrzewa się w autoklawie.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania poliamidów przez ogrzewanie laktamów z wodnym roztworem kwasu, lub z roztworami, które otrzymuje się przez hydrolizę laktamu za pomocą wodnego roztworu kwasu w wyższych temperaturach i ewentualnie pod zwiększonymi ciśnieniami, znamieny tym, że jako kwas stosuje się kwas szczawiowy.

P o v a ż s k é c h e m i c k é z á v o d y
n á r o d n y p o d n i k

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych