



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2004108617/04**, **22.03.2004**

(24) Дата начала действия патента: **22.03.2004**

(45) Опубликовано: **10.09.2005** Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2218360 C2**, **10.12.2003**. **RU 2036933 C1**, **09.06.1995**. **GB 863859 A**, **29.03.1961**. **И.Ш.ПИК, С.А.АЗЕРСКИЙ, ТЕХНОЛОГИЯ ПЛАСТИЧЕСКИХ МАСС, М., "ВЫСШАЯ ШКОЛА", 1975, с.290-291.**

Адрес для переписки:

**420015, г.Казань, ул. К. Маркса, 68,
Казанский государственный технологический университет, Патентный отдел**

(72) Автор(ы):

**Барнягина О.В. (RU),
Галибеев С.С. (RU),
Кочнев А.М. (RU),
Архиреев В.П. (RU),
Гафаров А.М. (RU),
Алеева Я.И. (RU)**

(73) Патентообладатель(ли):

Казанский государственный технологический университет (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИАМИДА

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения полиамида, который может быть использован в качестве конструкционного материала. Полиамид получают путем сополимеризации ϵ -капролактама и 1,6-гексаметилендиизоцианата при массовом соотношении (95-90):(5-10) в присутствии катализатора и активатора. В качестве катализатора используют Li-соли ϵ -капролактама,

в качестве активатора - 2,4-толуилендиизоцианат. Процесс проводят при температуре $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$ до исчерпания лактамных циклов, а затем нагревают реакционную массу в течение 2 часов. Изобретение позволяет получить полиамиды с повышенными значениями разрушающего напряжения, а также позволяет расширить арсенал способов, позволяющих получать полиамиды с различными физико-механическими свойствами 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2004108617/04, 22.03.2004**

(24) Effective date for property rights: **22.03.2004**

(45) Date of publication: **10.09.2005 Bull. 25**

Mail address:

**420015, g.Kazan', ul. K. Marksa, 68,
Kazanskij gosudarstvennyj tekhnologicheskij
universitet, Patentnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Barnjagina O.V. (RU),
Galibeev S.S. (RU),
Kochnev A.M. (RU),
Arkhireev V.P. (RU),
Gafarov A.M. (RU),
Aleeva Ja.I. (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Kazanskij gosudarstvennyj tekhnologicheskij
universitet (RU)**

(54) **METHOD FOR PREPARING POLYAMIDE**

(57) Abstract:

FIELD: organic chemistry, polymers, chemical technology.

SUBSTANCE: invention relates to a method for preparing polyamide that can be used as a structural material. Polyamide is prepared by co-polymerization reaction of ϵ -caprolactam and 1,6-hexamethylene diisocyanate in the mass ratio = (95-90):(5-10) in the presence of catalyst and an activating agent. As catalyst method involves using ϵ -caprolactam Li-salt and 2,4-toluylene

diisocyanate as an activating agent. The process is carried out at temperature $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$ up to depletion of lactam cycles followed by heating the reaction mass for 2 h. Invention provides preparing polyamides with enhanced values of destroying stress (breaking point) and provides expanding assortment of methods providing preparing polyamides with different physical-mechanical properties also.

EFFECT: improved preparing method.
2 tbl, 4 ex

Изобретение относится к способу получения полиамида, который может быть использован в качестве конструкционного материала.

Известен способ получения полиамида путем полимеризации мономера ϵ -капролактама в присутствии Na-соли ϵ -капролактама и активатора 2,4-толуилендиизоцианата при нагревании, процесс ведут в растворе или в расплаве при 160-220°C в течение 1-1,5 часов (см. Пик И.Ш., Азерский С.А. Технология пластических масс.М.: «Высшая школа», 1975, с.290-291).

Недостатком является то, что полиамиды, полученные по известному способу, имеют высокую температуру плавления, что удорожает их переработку.

Наиболее близким по технической сущности является способ получения полиамида путем сополимеризации ϵ -капролактама и выбранного из группы диизоцианатов 1,6-гексаметилендиизоцианата или форполимера уретанового СКУ-ПФЛ-100, или 4,4'-дифенилметандиизоцианата в присутствии катализатора Na-соли ϵ -капролактама и активатора 2,4-толуилендиизоцианата при массовом соотношении ϵ -капролактама и диизоцианата (95-70):(5-30) соответственно и процесс осуществляют при температуре (180 \pm 5)°C до исчерпания лактамных циклов (см. патент RU №2218360, МПК 7/ С 08 G 69/18, 2003).

Недостатком является то, что полиамиды, полученные по известному способу, имеют недостаточное значение разрушающего напряжения.

Задачей изобретения является расширение арсенала способов, позволяющих получать полиамиды с различными физико-механическими свойствами, в том числе и с повышенными значениями разрушающего напряжения.

Техническая задача решается способом получения полиамида путем сополимеризации ϵ -капролактама и 1,6-гексаметилендиизоцианата при массовом соотношении (95-90):(5-10) соответственно в присутствии катализатора и активатора 2,4-толуилендиизоцианата при температуре (180 \pm 5)°C до исчерпания лактамных циклов, в котором в качестве катализатора берут Li-соль ϵ -капролактама и после исчерпания лактамных циклов ведут нагрев реакционной массы в течение 2 часов.

Решение технической задачи позволяет расширить арсенал способов, позволяющих получать полиамиды с различными физико-механическими свойствами, в том числе и с повышенным значением разрушающего напряжения до 114%.

Вещества, используемые в способе:

ϵ -капролактама, ГОСТ 7850-86;
2,4-толуилендиизоцианат, ТУ 113-38-95-90;
1,6-гексаметилендиизоцианат, ТУ 113-03-332-79;
Li-соль ϵ -капролактама. Продукт взаимодействия Li и ϵ -капролактама при мольном соотношении (0,25:1) соответственно.

Данное изобретение иллюстрируются следующими примерами конкретного выполнения:

Пример 1.

В емкость, снабженную обратным холодильником и мешалкой, загружают 95 г (95 мас.%) ϵ -капролактама и 1 г (1 мас.% от общей загрузки) катализатора Li-соли ϵ -капролактама, расплавляют при температуре 80-90°C в токе инертного газа (аргон), после чего при перемешивании добавляют 5 г (5 мас.%) 1,6-гексаметилендиизоцианата и активатора 2,4-толуилендиизоцианата в количестве 1 г (1 мас.% от общей загрузки). Температуру поднимают до (180 \pm 5)°C. Процесс ведут до исчерпания лактамных циклов. После чего ведут нагрев реакционной массы в течение 2 часов.

Пример 2.

В емкость, снабженную обратным холодильником и мешалкой, загружают 90 г (90 мас.%) ϵ -капролактама и 1 г (1 мас.% от общей загрузки) катализатора Li-соли ϵ -капролактама, расплавляют при температуре 80-90°C в токе инертного газа (аргона), после чего при перемешивании добавляют 10 г (10 мас.%) 1,6-гексаметилендиизоцианата и активатора - 2,4-толуилендиизоцианата в количестве 1 г (1 мас.% от общей загрузки). Температуру

поднимают до $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$. Процесс ведут до исчерпания лактамных циклов. После чего ведут нагрев реакционной массы в течение 2 часов.

Соотношения компонентов по примерам конкретного выполнения и физико-механические показатели приведены в таблице 1, в таблице 2 приведены данные по прототипу.

Таблица 1.				
По заявляемому объекту				
№ примера	Массовое соотношение ϵ -КЛ:диизоцианат	$T_{\text{раз.}}$, $^\circ\text{C}$	σ_p , МПа	ϵ , %
1	95:5	206	63,0	292
2	90:10	207	58,0	266

Таблица 2.				
По прототипу				
№ примера	Массовое соотношение ϵ -КЛ:диизоцианат	$T_{\text{раз.}}$, $^\circ\text{C}$	σ_p , МПа	ϵ , %
1	95:5	180	50,7	305
2	90:10	165	46,7	310

Примечание:

По 1 и 2 примерам в качестве диизоцианата берут 1,6-гексаметилендиизоцианат. Температуру размягчения ($T_{\text{раз.}}$) полученных сополимеров определяют методом термомеханического анализа.

Физико-механические испытания - разрушающее напряжение (σ_p , МПа) и относительное удлинение (ϵ , %) проводят по ГОСТ 11262-80.

Как видно из примеров конкретного выполнения, заявляемый способ позволяет получить полиамиды с повышенным значением разрушающего напряжения по сравнению с прототипом до 114%.

Таким образом, заявляемый объект расширяет арсенал способов, позволяющих получать полиамиды с различными физико-механическими свойствами, в том числе и с повышенным значением разрушающего напряжения.

Формула изобретения

Способ получения полиамида путем сополимеризации ϵ -капролактама и 1,6-гексаметилендиизоцианата при массовом соотношении (95-90):(5-10) соответственно в присутствии катализатора и активатора -2,4-толуиленидиизоцианата при температуре $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$ до исчерпания лактамных циклов, отличающийся тем, что в качестве катализатора берут Li-соль ϵ -капролактама и после исчерпания лактамных циклов продолжают нагрев реакционной массы в течение 2 ч.