

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(22) Prihlášené 28 01 86
(21) (PV 616-86.P)

(40) Zverejnené 14 05 87

(45) Vydané 15 11 88

254212
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 65/30
C 08 G 65/08

(75)

Autor vynálezu

KOMORA LADISLAV ing. CSc., PRIEVIDZA, KARÁSEK OTAKAR ing.,
GOTTWALDOV

(54) Spôsob deionizácie a odfarbovania polyéterov

1

2

Je riešený spôsob deionizácie a odfarbovania polyéterov na báze etylénoxidu a/alebo propylénoxidu tak, aby tieto mohli byť surovinou aj pre prípravu polyuretánov. Pri tomto spôsobe sa polyétery neutralizujú kyselinou v množstve minimálne 1 mólekvi- valentu na 1 mólekvi- valentu na 1 mól zása- dy v polyéteru, počítané na disociačnú kon- štantu kyseliny väčšiu ako 10^{-7} , bez prí- davku rozpúšťadiel, pričom sa prípadne k polytéteru pridá oxid alebo hydroxid horeč- natý v množstve väčšom ako 0,1 % hmot., počítané na polyéter a po zhomogenizovaní suspenzie sa pevný podiel z polyéteru od- stráni.

Vynález sa týka spôsobu deionizácie a odfarbovania polyéterov na báze etyldénoxidu a/alebo polypropylénoxidu tak, aby tieto mohli byť surovinou aj pre prípravu polyuretánov.

Polyéterdioly sa pripravujú najčasejšie adíciou, resp. polyadíciou alkylénoxidov s počtom atómov uhlíkov 2 a 3 na alkoholy, dioly až polyoly, amíny, fenoly atď., t. j. na látky s reaktívnymi vodíkmi. Syntéza sa uskutočňuje pri zvýšenej teplote spravidla okolo 120 °C a príslušnom tlaku odpovedajúcim tlaku alkylénoxidu pri danej teplote. Ako katalyzátory sa používajú najčastejšie hydroxidy alkalických kovov, hydroxid sodný resp. hydroxid draselný. Po ukončení reakcie, ktoré sa prejaví zreagovaním alkylénoxidu a následným poklesom tlaku, je potrebné alkalický katalyzátor, t. j. ióny sodíka alebo draslíka, z prostredia odstrániť tak, aby koncentrácia týchto iónov bola pod $5 \cdot 10^{-4}$ % hmot. (5 ppm). Súčasne má mať produkt číslo kyslosti pod 0,2 mg KOH/g⁻¹, pH roztoku má byť 6 až 7,0 a pre čo možno najširšie uplatnenie produktu, by mal byť produkt podľa možnosti vodojasný, bezfarebný.

Spôsob odstránenia iónov z polyéterov je v patentovej literatúre široko popísaný a je ho možné vo všeobecnosti zhrnúť do nasledovných skupín:

1. Neutralizácia iónov alkalických kovov s anorganickými alebo organickými kyselinami za prítomnosti vody. Pričom pri odparení vody sa soli oddelia filtráciou.

2. Neutralizácia iónov alkalických kovov s anorganickými alebo organickými kyselinami za prítomnosti vody a organického rozpúšťadla.

3. Extrakciou hydroxidov alkalických kovov vodou po zriedení organickým rozpúšťadlom.

4. Extrakciou solí, vzniklých neutryalizáciou hydroxidov kyselinami, vodou po zriedení organickým rozpúšťadlom.

5. Zachytávanie hydroxidov kovov na pevných nosičoch vzniklých impregnáciou anorganickými kyselinami.

Nevýhoda posledných postupov spočíva v tom, že pri čistení sa polyol mieša s vodou, resp. organickým rozpúšťadlom, ktoré je potrebné z hotového produktu odstraňovať. Zatiaľ čo v prípade čistenia vo vode nerozpustných polyéterov je možný hlavný podiel vody odstrániť ako samostatnú fázu, poprípade s podstatnou časťou soli, je potrebné organické rozpúšťadlo odparovať, prípadne použiť špeciálne filtračné zariadenie na odstránenie emulzií.

Uvedený postup teda nielenže predlžuje potrebnú dobu na čistenie polyéterov, ale i z hľadiska energetického je náročný a zvyšuje potrebu pary, resp. tepla, čo sa zvlášť prejavuje pri vodorozpustných polyéterdioloch. Okrem toho uvedené postupy síce odstraňujú ióny alkalických kovov, ale pro-

dukty zostávajú farebne také, aké vychádzajú z polyadického autoklávu.

Postup energeticky málo náročný, vhodný pre deonizáciu vo vode rozpustných polymérov bol tiež vypracovaný (čs. AO 241 409). Postup rieši tiež odfarbovanie produktu, no na odfarbovanie používal drahý adsorbent aktívne uhlie.

Z uvedených dôvodov bolo potrebné hľadať vhodný postup taký, aby bol technologicky schodný a riešil tiež horeuvedené problémy. Uvedené nedostatky boli vyriešené podľa tohto vynálezu, podľa ktorého sa spôsob deionizácie a odfarbovania polyéterov na báze etylénoxidu a/alebo propylénoxidu, neutralizáciou viacsýtnymi kyselinami, najmä kyselinou fosforečnou alebo šťavelovou sa uskutočňuje tak, že polyétery sa neutralizujú kyselinou v množstve minimálne 1 mólekivalentu na 1 mól zásady v polyéteri, počítané na disociačnú konštantu kyseliny väčšiu ako 10^{-7} , s výhodou 1,10 až 1,20 mólu kyseliny fosforečnej, alebo 0,55 až 0,70 mólu kyseliny šťaveľovej na 1 mól zásady, bez prídavku rozpúšťadiel, pričom sa prípadne k polyéteru pridá oxid alebo hydroxid horečnatý v množstve väčšom ako 0,1 % hmot., počítané na polyéter a po zhomogenizovaní suspenzie zamiešaním mechanicky alebo plynom sa pevný podiel z polyéteru odstráni.

Výhodou postupu podľa uvedeného vynálezu je nenáročnosť postupu, minimálna potreba tepla a prakticky v jednom stupni zaistenie deionizácii produktu, požadované číslo kyslosti produktu, pH, i farebnosť produktu bez nároku na zvýšenie tlaku dlhej reakčnej doby, viacnásobných postupov zriedovania, odparovania, resp. extrakcie.

Pritom postup sa dá robiť priamo v reaktore, v ktorom prebehla hlavná reakcia.

Pri prvom stupni postupu je dôležité poznať množstvo použitého katalyzátora. Toto je v dôsledku jeho váženia známe, prípadne je možné tento údaj získať filtráciou vzorky po odplynení autoklávu inertným plynom.

Potrebné množstvo použitej kyseliny fosforečnej je 1,0 mólu až 1,05 mólu kyseliny na mól hydroxidu, v dôsledku disociačnej konštanty kyseliny fosforečnej do prvého stupňa $7,5 \cdot 10^{-3}$, druhého stupňa $6,2 \cdot 10^{-8}$, resp. tretieho stupňa $4,8 \cdot 10^{-12}$ pri teplote 25 °C.

Pri použití kyseliny šťaveľovej v dôsledku toho, že disociačné konštanty do prvého i druhého stupňa $5,9 \cdot 10^{-2}$, resp. $6,4 \cdot 10^{-5}$ sú väčšie ako 10^{-7} je potrebné použiť 0,5 mólu kyseliny šťaveľovej na 1 mól NaOH, resp. KOH.

Postup správnej dávky kyseliny je, okrem navážky, možné kontrolovať tiež podľa pH, po zhomogenizovaní polyéteru. Pritom sa merá pH polyéteru v zmesi alkoholu a vody 3:2, pričom 2 g polyéteru sa rozpúšťa v 20 cm³ zmesi pri teplote miestnosti.

V prípade, že pH polyéteru nie je pod pH 8 (5,5 až 6,5), je potrebné odobrať ďalšiu vzorku (kontrola homogenity vzorky) a postup zopakovať. Ak pH neklesá, svedčí to o nízkom prídavku kyseliny. V tom prípade je potrebné pridať ďalšiu kyselinu v množstve 5 % na pôvodný prídavok kyseliny. Po zhomogenizovaní polyéteru na stanovenie zopakuje.

V prípade, že sa dosiahne žiadané pH (5,5 až 6,5), svedčí to o viazaní iónu sodíka, resp. draslíka do formy solí.

Nadbytok kyseliny je vhodné odstrániť prídavkom oxidu alebo hydroxidu horečnatého. Pritom je potrebné pridať k roztoku také množstvo oxidu horečnatého, aby pH roztoku bolo v rozmedzí 6,5 až 8,0. Prídavok nadbytku horčíka síce nie je na závalu pri následnom spracovaní polyolu, nakoľko tento sa filtráciou so soľou draslíka alebo vodíka odstráni, ale nadbytok nie je potrebný. Oxid horečnatý, ako sme s prekvapením zistili, má okrem účinku neutralizačného tiež podstatný odfarbovací účinok na polyéter. V prípade, že vzorka polyéteru po neutralizácii zásady kyselinami ešte prípustne sfarbená, nie je nevyhnutne potrebné aplikovať celý postup (prídavok horčíka). Zvlášť nie je to nevyhnutné pri použití kyseliny šľaveľovej, použitie ktorej má tu výhodu, že pri predávkovaní v bezvodom prostredí sa nezvyšuje číslo kyslosti polyéter-polyolu.

Aplikácia kyselín je výhodná ešte k horúcemu roztoku po odplynení autoklávu a odstránení zvyškov oxidánov, napr. prefúkáním autoklávu dusíkom, resp. inertom, resp. pomocou vákuu. Po pridaní kyseliny sa polyéter homogenizuje buď miešaním, resp. cirkuláciou pomocou čerpadla, prípadne i prefukovaním násady za vákuu so slabým prúdom vzduchu. Pri teplote 80 až 120 °C je možné úspešne aplikovať kyseliny a pri tom stačí pri dlhšej homogenizácii roztoku na deionizáciu polyéteru doba len 5 minút (v laboratórnych podmienkach).

Aplikácia kyseliny, resp. MgO za tepla má svoje odpodstatnenie jednak z dôvodov odstránenia neutralizáciou vzniklej, resp. kryštalickej vody donesenej do procesu s kyselinou šľaveľovou, resp. fosforečnou odparením a jednak z dôvodov následnej filtrácie. Tu v dôsledku zníženej viskozity polyéteru filtrácia prebehne rýchlo.

Pri tom zlá filtrácia (pomalá), môže svedčiť o tom, že produkt má pH nad 8, t. j. že

množstvo pridanej kyseliny je nízke. V alkalickom prostredí sa doba filtrácie podstatne predlžuje.

Oxid, resp. hydroxid horečnatý je možné pridať ku vzorke následne po pridaní kyseliny, no taktiež je ho možné aplikovať pred prídavkom kyselín. V dôsledku veľmi nízkej disociácie uvedených zlúčenín horčíka, kyselina reaguje prednostne s hydroxidmi alkalických kovov a tieto viažu v polyéteroch vo forme nerozpustných solí. V tomto prípade pri použití zlúčenín horčíka je možné i predávkovanie kyselín podľa vypočítaného obsahu hydroxidov alkalických kovov (výhodne o 10 %), pričom nie je nebezpečie zvýšenia čísla kyslosti polyéteru v dôsledku viazania nadbytku kyselín vo forme horečnatých solí. Týmto postupom sa však bezpečne docielí odstránenie iónov vodíka, resp. draslíka z polyéterov.

Výhodou tohoto postupu je teda nájdenie jednoduchého postupu na prípravu polyéterov vhodných na prípravu aj lineárnych polyuretánov (pri použití polyéterdiolov), kde sa dá súčasne s deionizáciou získať aj požadovaná bezfarebnosť produktov.

Konkrétny postup podľa vynálezu je uvedený v príkladoch, ktoré však nevyhľadujú iné možnosti kombinácie.

Príklad 1

Polyéterdiol pripravený blokovo polyadíciami etylénoxidu na dietylenglykol a následnou polyadíciami propylénoxidu na vzniknutý polyetylenglykol pri teplote 120 °C za použitia 0,25 % hmot. hydroxidu draselného.

Množstve jednotlivých zložiek bolo volené tak, aby vznikol polyéter s molekulovou hmotnosťou 1 000 s 50 % hmot. etoxameroých jednotiek.

Analýza produktu preukázala obsah hydroxidu draselného priamou filtráciou 0,2 % hmot., nepriamou filtráciou 0,25 % hmot.

Výsledky aplikácie rôznych množstiev kyseliny fosforečnej (vo forme 85 % hmot.), resp. kyseliny šľaveľovej (dihydrátu) sú zhrnuté v tabuľke 1.

Ako z výsledkov zhrnutých v tabuľke 1. vidno, deionizáciu polyéterdiolu 1 000/50 je možné robiť s kyselinou fosforečnou i kyselinou šľaveľovou i bez prítomnosti rozpúšťadiel na dobu 10, resp. 30 minút za predpokladu, že sa použije vhodné množstvo kyselín.

Tabuľka 1

Vplyv množstva použitej kyseliny na vlastnosti čisteného polyéteru

Druh kyseliny	Zvážanie		Množstvo		Produkt		pH
	Teplota [°C]	Doba (min)	(mol kyseliny/ /mol KOH)	č. kyslosti (mg KOH/g)	obsah K ⁺	ppm Na ⁺	
H ₃ PO ₄	120	10	0,895	0,066	343,0	22,0	7,8
H ₃ PO ₄	120	10	0,972	0,099	297	11,5	6,9
H ₃ PO ₄	120	10	1,050	0,130	8,7	0,4	6,4
H ₃ PO ₄	120	10	1,128	0,235	< 4,0	< 0,4	4,9
H ₃ PO ₄	120	10	1,206	0,453	< 4,0	< 0,4	4,3
H ₂ C ₂ O ₄	80	30	0,498	0,050	314	18,9	—
H ₂ C ₂ O ₄	80	30	0,533	—	89	3,3	—
H ₂ C ₂ O ₄	80	30	0,569	0,15	< 4,0	< 0,4	6,00
H ₂ C ₂ O ₄	80	30	0,640	0,16	< 4,0	< 0,4	5,08
H ₂ C ₂ O ₄	80	30	0,712	0,15	< 4,0	< 0,4	5,10
H ₂ C ₂ O ₄	80	30	0,783	0,16	< 4,0	< 0,4	6,0
H ₂ C ₂ O ₄	100	30	0,854	0,08	< 4,0	< 0,4	—
H ₂ C ₂ O ₄	100	30	0,961	0,09	< 4,0	< 0,4	—
H ₂ C ₂ O ₄	100	30	1,032	0,13	< 4,0	< 0,4	—
H ₂ C ₂ O ₄	100	30	1,103	0,15	< 4,0	< 0,4	—

V tomto prípade ani dvojnásobné predávkovanie kyseliny nevlplyvalo na číslo kyslosti a toto bolo na vhodnej úrovni pre použitie na polyuretány.

Z hľadiska namerania účinku času na de-

ionizáciu pri dobrom premiešavaní vzorky v laboratóriu sa namerá vplyv doby pôsobenia kyseliny na deionizáciu. Výsledky sú zoradené v tabuľke 2.

Tabuľka 2

Vplyv reakčnej doby na kvalitatívne parametre získaného polyéterdiolu 1 000/50

Druh kyseliny	Množstvo (mól . mól ⁻¹)	Zrážanie		č. kyslosti (mg KOH . g ⁻¹)	Produkt		pH
		teplota [°C]	doba (min.)		obsah K ⁺	ppm Na ⁺	
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	5	0,123	< 4,0	< 0,4	6,0
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	10	0,105	< 4,0	< 0,4	6,0
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	20	0,114	< 4,0	< 0,4	6,1
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	30	0,127	< 4,0	< 0,4	6,2
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	60	0,113	< 4,0	< 0,4	6,1
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	120	0,105	< 4,0	< 0,4	6,3
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	180	0,092	< 4,0	< 0,4	6,1
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	80	240	0,114	< 4,0	< 0,4	6,0
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	120	5	0,13	< 4,0	< 0,4	5,7
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	120	60	0,12	< 4,0	< 0,4	5,8
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	120	120	0,13	< 4,0	< 0,4	5,6
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	120	180	0,21	< 4,0	< 0,4	5,3
H ₂ C ₂ O ₄	0,640	120	240	0,22	< 4,0	< 0,4	5,1
H ₃ PO ₄ *	1,167	80	5	0,115	< 4,0	< 0,4	7,0
H ₃ PO ₄ *	1,167	80	30	0,123	< 4,0	< 0,4	6,2
H ₃ PO ₄ *	1,167	80	60	0,141	< 4,0	< 0,4	6,3
H ₃ PO ₄ *	1,167	80	120	0,143	< 4,0	< 0,4	6,3
H ₃ PO ₄ *	1,167	80	180	0,133	< 4,0	< 0,4	6,4
H ₃ PO ₄ *	0,168	80	240	0,145	< 4,0	< 0,4	5,8
H ₃ PO ₄	0,168	80	30	0,338	< 4,0	< 0,4	4,5

Poznámka:

* Po reakcii, uvedenú dobu, pridané k suspenzii oxid horečnatý v množstve 0,1 mólu na mól kyseliny fosforečnej použitej ako prídavok pri teplote 80 °C a po 20 minútach miešania odfiltrovanie. Paralelný pokus s reakčnou dobou 30 minút, bez prídavku oxidu horečnatého — číslo kyslosti 0,338 a pH 4,5, posledný riadok, tabuľka 2. Pri sle-

dovaní roztoku farebnosti počas rôznej doby tepelného namáhania pri použití vzduchu na miešanie zmesi sa pozorovalo, že vzorky v priebehu reakcie sa odfarbujú, pričom odfarbenie bolo vyššie pri teplote 120 °C.

Vplyv množstva použitého oxidu horečnatého na úpravu čísla kyslosti pri predávkovaní kyseliny fosforečnej je zhrnutý v tabuľke 3.

Tabuľka 3

Vplyv množstva oxidu horečnatého na vlastnosti polyéterdiolu 1 000/50

Druh kyseliny	Množstvo (mól . mól ⁻¹)	Množstvo MgO (mól . mól ⁻¹)	č. kyslosti (mg KOH . g ⁻¹)	Produkt obsah K ⁺	ppm Na ⁺	pH
H ₃ PO ₄	1,563	0,0	1,176	< 4,0	< 0,4	3,82
H ₃ PO ₄	1,563	0,144	0,990	< 4,0	< 0,4	3,88
H ₃ PO ₄	1,563	0,288	0,784	< 4,0	< 0,4	4,14
H ₃ PO ₄	1,563	0,576	0,575	< 4,0	< 0,4	4,15
H ₃ PO ₄	1,563	1,152	0,133	< 4,0	< 0,4	5,40
H ₃ PO ₄	1,130	0,0	0,248	< 4,0	< 0,4	4,50
H ₃ PO ₄	1,130	0,144	0,191	< 4,0	< 0,4	4,90
H ₃ PO ₄	1,130	0,288	0,112	< 4,0	< 0,4	5,90
H ₃ PO ₄	1,130	0,576	0,047	< 4,0	< 0,4	7,93

Postup v tabuľke 4 bol sledovaný po 10 minútach reakcií pri teplote 20 °C (po okyslení) bol do zmesi pridaný oxid horečnatý a po 10 minútach pôsobenia pevný produkt oddelený filtráciou. Stanovenia boli robené vo filtráte.

Ako z výsledkov zhrnutých v tabuľke vidno, oxid horečnatý podľa potreby znižuje číslo kyslosti a upravuje pH roztoku, pričom jeho aplikácia aj spôsobuje odfarbenie roztoku.

Príklad 2

Polyéterpolyol pripravený postupnou adíciou etylénoxidu a propylénoxidu na glykol mal molekulovú hmotnosť 2 000 a obsah etylénglykolových jednotiek 30 % hmot.

Produkt obsahoval 0,3 % hmot. hydroxidu sodného.

Na deionizáciu sa použila kyselina fosforečná v množstve 1,13 mólu na mól hydroxidu sodného. Aby sa dosiahlo číslo kyslosti pod 0,15 mg KOH na 1 g polyéterdiolu, odskúšala sa kombinácia s aplikáciou hydroxidu horečnatého. Skúšky sa robili pri teplote 80 °C tým spôsobom, že v prvom prípade sa aplikovala najprv kyselina fosforečná 30 minút a potom 20 minút hydroxid horečnatý. V druhom prípade sa aplikácia kyseliny fosforečnej a kysličníka horečnatého urobila spoločne a po 30 minútach reakcie sa zrazenina oddelila filtráciou. Vo filtrátoch sa stanovilo číslo kyslosti, pH a koncentrácia vodíka a draslíka. Pri aplikácii 0,82 mólu hydroxidu horečnatého na mól kyseliny fosforečnej sa stanovili v oboch prípadoch približne rovnaké hodnoty. Číslo kyslosti

0,10 mg KOH/g, pH 6,1 a koncentrácia sodíka a draslíka pod 1 ppm.

Príklad 3

Polyéterdioly, typ štatistický polyadukt propylénoxidu a etylénoxidu s obsahom 0,23 percent hmot. KOH a mól. hmotnosť/obsahom etylénglykolu v molekule typ 1 200/75; pri aplikácii 0,55 mólu kyseliny šľavelovej na mól hydroxidu draselného pri teplote 120 °C za 30 min. pri odparovaní na rotačnej odparke sa dosiahlo číslo kyslosti 0,14 mg/g, obsah vodíka 1,1 ppm, obsah draslíka 0,8 ppm, obsah vody 0,05 % hmot.

V prípade, že sa zmes nedestilovala, obsahovala 1,2 % vody, čo sa prejavilo číslom kyslosti 2,17 mg KOH/g. V tomto prípade sa k filtrátu pridalo 0,0 mól. kysličníka horečnatého na mól kyseliny šľavelovej. Po 30 minútach pôsobenia pri teplote 120 °C obsah kyslosti klesol na 0,11 mg . g⁻¹.

Polyéterdiol, blokový typ PEP 1 200/30, sa deionizoval s použitím kyseliny fosforečnej v množstve 1,20 mól/mól KOH, pri teplote 120 °C počas 30 minút miešania.

Deionizovaný produkt mal sumu (K + Na) iónov pod 2 ppm, ale číslo kyslosti 0,442 KOH/g a pH 4,68. Po aplikácii 0,5 mólu MgO na mól kyseliny fosforečnej dosiahlo sa číslo kyslosti 0,16, pH 6,1 a absorpcia svetla sa znížila pri vlnovej dĺžke 440 zo 75 na 100.

Príklad 4

Na deionizáciu polyéterpolyolov, pripravených na báze trimetylolpropánu adíciou zmesi etylénoxidu a propylénoxidu tak, aby

obsahovali 0, 20, 40 a 60 % etoxamérových jednotiek v molekule a molekulovú hmotnosť okolo 3500, bola použitá kyselina šťavelová. Obsah KOH stanovených v produktoch sa pohyboval od 2,16 do 2,29 mg/g. Na deionizáciu sa používal 10 %-ný prebytok kyseliny šťavelovej, resp. fosforečnej (t. j. 0,55

resp. 1,10 móla/mól KOH). Aplikácia postupu sa robila pri teplote 120 °C, pričom miešanie 500 g vzoriek trvalo 30 minút. Po uvedenej dobe sa roztok prefiltroval a bolo v ňom stanovené číslo kyslosti, obsah iónov Na a K a pH.

Výsledky boli zhrnuté do tabuľky 4.

Tabuľka 4

Vplyv deionizácie polyéterpolyolov na báze trimetylolpropánu s obsahom 0 až 60 % hmot. etylénglykoléteru v molekule pri teplote 120 °C a 30 minútovej expozícii

Druh polyéteru	Použitá kyselina		MgO (mól/ mól)	číslo kyslosti (mg. g ⁻¹)	Produkt		pH
	druh	množstvo (mól/ mól)			obsah Na	ppm K	
Slovaprop							
48/20	H ₃ PO ₄	1,15	0,0	0,34	2,2	4,2	5,6
48/20	H ₂ C ₂ O ₄	0,55	0,0	0,22	1,0	1,8	6,6
48/40	H ₃ PO ₄	1,10	0,0	0,20	5,7	16,0	6,7
48/40	H ₂ C ₂ O ₄ *	0,60	0,0	0,29	1,2	2,4	6,8
48/60	H ₃ PO ₄	1,10	0,0	0,28	2,9	5,4	5,5
48/60	H ₂ C ₂ O ₄	0,55	0,0	0,26	1,3	3,6	5,7
48/20	H ₃ PO ₄	1,20	0,50	0,15	1,2	2,4	6,4
48/40	H ₃ PO ₄	1,20	0,50	0,11	1,1	3,0	6,2
48/60	H ₃ PO ₄	1,20	0,50	0,15	1,0	2,2	6,6

Poznámka:

* zlá filtrácia, preto zvýšenie kyseliny šťavelovej

Nakoľko uvedené polyéterpolyoly vykazovali pri použití 10 %-ného prebytku kyseliny fosforečnej, ešte vysoký obsah sodíka a draslíka, bolo potrebné obsah kyseliny zvýšiť na 20 %-ný nadbytok s tým, že po aplikácii oxidu horečnatého bola kyslosť na žiadateľnej úrovni. Pri vyhrievaní bola nádoba evakuovaná na odťah vody.

Príklad 5

Kopolyéter na báze etylénoxidu a propylénoxidu o mól. hmotnosti 1200 s 30 % hmot. etylénoxidových jednotiek, obsah hydroxidu draselného 1,2 mg KOH/g, sfarbenie pri 440 μ 26 %-ná extinkcia vzhľadom k destilovanej vode, bol deionizovaný 0,55 mólu kyseliny šťavelovej na 1 mól stanoveného hydroxidu draselného.

Po filtrácii sa dosiahla 51 %-ná priepust-

nosť svetla, pH 7,06, číslo kyslosti 0,135 mg. g⁻¹. Deionizácia prebiehala pri teplote 100 stupňov Celzia za 30 minút.

Aplikácia 0,5 % hmot. oxidu horečnatého na násadu, i zvýšila extrakciu na 69 %, pH 8,18, číslo kyslosti 0,09 mg KOH/g.

V prípade aplikácií 0,73 mólu kyseliny šťavelovej/mól stanoveného hydroxidu draselného pri teplote 120 °C za 30 minút, po filtrácii bola extinkcia 84 %, pH 5,95, číslo kyslosti 0,25, obsah K + Na iónov < 2,0 ppm. S prídavkom 1 % hmot. na násadu oxidu horečnatého dosiahla sa extrakcia 96 %, pH 7,10, číslo kyslosti 0,14 mg. g⁻¹. S prídavkom 2,5 % hmot. oxidu horečnatého po aplikácii kyseliny šťavelovej sa dosiahlo pH 7,11, extinkcia 98 % č. kyslosti 0,021 mg. g⁻¹. Aplikácia oxidu horečnatého pri teplote 120 °C bola 30 minút.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob deionizácie a odfarbovania polyéterov na báze etylénoxidu a/alebo propylénoxidu neutralizáciou viacsýtnymi kyselinami, najmä kyselinou fosforečnou alebo šťavelovou, vyznačujúci sa tým, že polyétery sa neutralizujú kyselinou v množstve minimálne 1 mól-ekvivalentu na 1 mól zásady v polyéteri, počítané na disociačnú konštantu kyseliny väčšiu ako 10⁻⁷, s výhodou

1,10 až 1,20 mólu kyseliny fosforečnej, alebo 0,55 až 0,70 mólu kyseliny šťavelovej na 1 mól zásady, bez prídavku rozpúšťadiel, pričom sa prípadne k polyéteru pridá oxid, alebo hydroxid horečnatý v množstve väčšom ako 0,1 % hmot., počítané na polyéter a po zhomogenizovaní suspenzie zamiešaním mechanicky alebo plynom sa pevný podiel z polyéteru odstráni.