



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 216 085

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 12 80
(21) PV 9454-80

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³ C 08 G 63/76
D 01 F 6/62

(40) Zveřejněno 15 09 81
(45) Vydáno 15 05 1984

(75)
Autor vynálezu KVÍZOVÁ MILENA ing., SEZIMOVO ÚSTÍ,
HEMER FRANTIŠEK, TÁBOR

(54) Způsob výroby polyesterového vlákna chemicky modifikovaného deriváty 3,5 dikarboxybenzensulfonanu alkalického kovu

Vynález se týká výroby polyesterových vláken modifikovaných deriváty monoalkalických solí kyseliny 5-sulfoisofthalové kontinuálním i diskontinuálním postupem. Řeší zlepšení kvality kopolymeru, kterou značně ovlivňuje obsah diethylenglykolu vznikajícího během přípravy a umožňuje zvýšení termické stability připraveného vlákna a dalších vlastností důležitých pro další zpracování polymeru i vlákna. Snížení obsahu diethylenglykolu na požadovanou hodnotu se docílí přidáním inhibitoru do modifikační složky, kterou je diolický roztok bis(hydroxyalkyl)esteru monoalkalické soli kyseliny 5-sulfoisofthalové při teplotě nejméně o 20 K nižší než je teplota jeho přípravy před jeho dávkováním do reakční směsi při výrobě kopolyesteru. Množstvím přidaného inhibitoru, kterým jsou neutrálně nebo alkalicky reagující soli, kysličníky nebo hydroxidy alkalických kovů, vápníku s výjimkou octanu, hořčíku nebo alkalicky nebo neutrálně reagující soli amonné se řídí konečný obsah diethylenglykolu ve vlákne.

Vynález se týká způsobu výroby polyesterových vláken chemicky modifikovaných bis(hydroxyalkyl)esterem kyseliny 5-sulfoisofthalové s požadovaným obsahem diethylenglykolu, zejména pak na nepřetržitě pracujícím zařízení.

Chemicky modifikovaná polyesterová vlákna zaujímají dnes již vysoký podíl ve výrobě syntetických vláken. Chemická modifikace umožňuje řešit řadu nedostatků základních polyesterů. Užití derivátů monoalkalických solí kyseliny 5-sulfoisofthalové jako modifikační složky umožňuje zlepšit afinitu vláken k barvivům, zejména bázičným a snížit sklon ke žmolkování. Tento typ modifikovaných vláken se v současné době vyrábí buď diskontinuálním postupem nebo i postupem kontinuálním. Průvodním zjevem u obou způsobů výroby je nežádoucí zvýšený rozsah vedlejších reakcí po uvedení derivátů monosodných nebo obecně monoalkalických solí kyseliny 5-sulfoisofthalové do reakčního systému. Jednou ze závažných vedlejších reakcí probíhajících v systému je reakce vedoucí k tvorbě diethylenglykolu. Za přítomnosti $-SO_3M$ skupiny, kde M značí jednomocný ekvivalent kovu ze skupiny zahrnující sodík, draslík, vápník, hořčík, lithium, zinek, olovo, rtuť nebo amonium, se rozsah této reakce zvětšuje. Vznikající diethylenglykol se zabudovává do řetězce kopolymeru a ovlivňuje některé jeho vlastnosti, jako například bod tání, dloužitelnost vlákna a jiné.

Omezením vedlejších reakcí při diskontinuálním postupu výroby modifikovaného polyesteru se zabývá Čs. autorské osvědčení č. 138 580. Užitou modifikační složkou je v tomto případě dimethylester monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové a vedlejší reakce vedoucí k tvorbě diethylenglykolu se zpomalí použitím 0,1 až 10 hmotnostních % neutrálně nebo alkalicky reagujících solí, kysličníků nebo hydroxidů sodíku, draslíku nebo hořčíku, vztaženo na obsah modifikátoru obsahujícího skupinu $-SO_3M$.

Pro kontinuální postup výroby není užití dimethylesteru monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové vhodné pro řadu potíží, z nichž nejzávažnější je udržení přesného molárního poměru jednotlivých vstupních složek při dávkování tříkomponentní směsi. K tomu pak přistupuje způsob a forma dávkování inhibitoru vedlejších reakcí tak, aby byl zajištěn konstantní poměr mezi množstvím modifikátoru a inhibitoru. Proto se s výhodou užívá bis(hydroxyethyl)esteru nebo analogického esteru s jiným diolem nebo směsí diolů, který se připraví přímou esterifikací příslušného dikarboxybenzensulfonanu alkalického kovu diolem. Provádí-li se esterifikace za přítomnosti inhibitoru vedlejších reakcí, sníží se obsah diethylenglykolu v konečném produktu esterifikace až na poloviční množství ve srovnání s esterifikací probíhající bez přídavku inhibitoru. Vliv inhibitoru přítomného při esterifikaci se pak částečně uplatňuje při polykondenzační reakci po přidání modifikační složky do systému při výrobě kopolymeru. Dochází tak k mírnému poklesu obsahu diethylenglykolu v konečném produktu. Popsaný způsob přípravy modifikační složky je předmětem Čs. autorského osvědčení č. 159 509, způsob jeho dávkování a výroby modifikovaného polyesterového vlákna na kontinuálně pracujícím výrobním zařízení je pak předmětem Čs. autorského osvědčení 181 508. Modifikátor ve formě diolického roztoku bis(hydroxyalkyl)esteru dikarboxybenzensulfonanu sodného je vhodný a užívá se i při diskontinuálním způsobu výroby. Postup podle Čs. autorského osvědčení č. 181 508 zaručuje obsah diethylenglykolu v množství nižším než 3,4 hmotnostní % v kopolymeru, při diskontinuální výrobě pak prů-

měrně 2 hmotnostní % v kopolymeru.

Nyní bylo zjištěno a v tom tkví podstata vynálezu, že k dalšímu snížení obsahu diethylenglykolu ve vláknech dochází tehdy, přidá-li se k modifikační složce, kterou je bis(hydroxyethyl)ester 3,5 dikarboxybenzensulfonanu sodného v glykolickém roztoku po ukončení esterifikace provedené postupem dle čs. autorského osvědčení č. 159 509 a po ochlazení nejméně o 20 °C další množství inhibitoru, kterým je neutrálně nebo alkalicky reagující sůl, kysličník nebo hydroxid sodíku, draslíku, lithia, hořčíku nebo vápníku s výjimkou octanu vápenatého nebo neutrálně nebo alkalicky reagující soli amonné. Použitím takto upravené modifikační složky do reakčního systému při přípravě kopolyesteru dochází během polykondenzační reakce k omezení vedlejších reakcí, čímž lze dosáhnout řízeného poklesu obsahu diethylenglykolu v resultujícím kopolymeru o 0,1 až 1,2 hmotnostních %. Bylo zjištěno, že přidavek stejného množství inhibitoru na začátek esterifikace 3,5-dikarboxybenzensulfonanu sodného je nevýhodné, neboť dochází k snížení rychlosti esterifikace a tím prodloužení reakční doby a zvýšení spotřeby energie potřebné k ohřevu reakční směsi.

Příklad 1

Do posledního reaktoru reesterifikační kaskády, ve které probíhá reesterifikace dimethyltereftalátu ethylenglykolem v sedmi stupních při teplotě vzrůstající postupně od 443 do 497 K byl nepřetržitě dávkován roztok bis(2-hydroxyethyl)esteru 3,5-dikarboxybenzensulfonanu sodného v glykolu, do kterého bylo po ukončení jeho přípravy přidáno 0,3 hmotnostních % octanu sodného vztaženo na obsah esteru. Dávkování bylo řízeno tak, že konečný obsah sulfosložky v kopolymeru byl 2 molární %. Po třístupňové polykondenzaci a zvláknění bylo získáno vlákno s obsahem 2,8 hmotnostních % diethylenglykolu oproti 3,2 hmotnostních % diethylenglykolu při užití glykolového roztoku modifikační složky bez přídavku inhibitoru.

Příklad 2

Postup podle příkladu 1 s tím, že bylo použito roztoku modifikátoru v němž bylo rozpuštěno 0,8 hmotnostních % chloridu sodného vztaženo na obsah esteru v roztoku. Připravené vlákno s obsahem 2 molární % modifikační složky stejné jako v příkladu 1 obsahovalo pouze 2,1 hmotnostní % diethylenglykolu.

Příklad 3

Po ukončení reesterifikační reakce dimethyltereftalátu ethylenglykolem v diskontinuálně pracujícím zařízení byl přidán glykolový roztok modifikátoru stejného jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že obsahoval 0,8 hmotnostních % chloridu draselného vztaženo na obsah esteru. Po polykondenzaci, granulaci a zvláknění obsahovalo kopolymerní vlákno 2 molární % sulfosložky a 1,1 hmotnostních % diethylenglykolu oproti vlákně připravené stejným postupem bez přídavku chloridu draselného, které obsahovalo 2,1 hmotnostních % diethylenglykolu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby polyesterového vlákna chemicky modifikovaného deriváty 3,5-dikarboxybenzensulfonanu alkalického kovu s požadovaným obsahem diethylenglykolu ve vlákně, vyznačený tím, že k modifikační složce, kterou je diolický roztok bis(hydroxyalkyl)esteru 3,5-dikarboxybenzensulfonanu alkalického kovu připravený o sobě známým postupem se přidá po ochlazení na teplotu nejméně o 20 K nižší než je konečná teplota jeho přípravy 0,1 až 5 hmotnostních % inhibitoru vedlejších reakcí, kterým je neutrálně nebo alkalicky reagující sůl, kysličník nebo hydroxid sodíku, draslíku, lithia, hořčíku nebo vápníku s výjimkou octanu nebo alkalicky nebo neutrálně reagující sloučeniny amonné.