



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101469108 B

(45) 授权公告日 2011. 11. 23

(21) 申请号 200710302495. 3

审查员 张超

(22) 申请日 2007. 12. 24

(73) 专利权人 东丽纤维研究所(中国)有限公司

地址 226009 江苏省南通市经济技术开发区
新开南路 58 号

(72) 发明人 朱从静 祁华 夏天 赖铮铮
本田圭介

(74) 专利代理机构 南通市永通专利事务所
32100

代理人 葛雷

(51) Int. Cl.

C08L 67/02 (2006. 01)

C08K 3/32 (2006. 01)

C08G 63/695 (2006. 01)

(56) 对比文件

JP 特开平 7-157921 A, 1995. 06. 20, 权利要求 1、说明书第 [0012] 段。

CN 101050274 A, 2007. 10. 10, 说明书第 7 页
实施例 1。

权利要求书 1 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

一种耐水解聚酯组合物的生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种耐水解聚酯组合物的生产方法,由芳香族二元羧酸或其衍生物与脂肪族二元醇进行缩聚反应得到含有末端羧基的聚酯,缩聚反应得到的含有末端羧基的聚酯与封端剂进行混炼得耐水解聚酯组合物本;发明所得到的聚酯切片耐水解性比较理想,经过水解实验后其%BB比较小,同时保持较少的大尺寸异物的数目。

1. 一种耐水解聚酯组合物的生产方法,其特征在于:

(a) 由芳香族二元羧酸或其衍生物与脂肪族二元醇进行缩聚反应得到含有末端羧基的聚酯,缩聚反应时加入锑化合物、镁化合物、作为稳定剂的磷化合物、氢氧化钾、作为缓冲剂的无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐;缩聚反应得到的含有末端羧基的聚酯与封端剂进行混炼得耐水解聚酯组合物;

(b) 上述作为稳定剂的磷化合物,相对于聚酯重量,磷化合物中磷元素添加量为 1 ~ 60ppm;

(c) 上述作为缓冲剂的无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐,相对于聚酯重量,无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐中磷元素添加量为 1 ~ 100ppm;

(d) 上述封端剂的用量为聚酯重量的 0.1 ~ 5%,其为 KH550、KH560 或 TM-602。

2. 根据权利要求 1 所述的耐水解聚酯组合物的生产方法,其特征是:所述的聚酯为聚对苯二甲酸乙二醇酯。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的耐水解聚酯组合物的生产方法,其特征是:聚酯的特性粘度为 0.500 ~ 0.700。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的耐水解聚酯组合物的生产方法,其特征是:无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐缓冲剂是 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_2HPO_4 、 KH_2PO_4 、 Na_2HPO_3 、 K_2HPO_3 、 NaH_2PO_2 、 KH_2PO_2 、 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 、 $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$ 、 CaHPO_4 、 CaHPO_3 中的一种或几种的组合物。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的耐水解聚酯组合物的生产方法,其特征是:无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐在缩聚前期加入或在缩聚后期加入。

6. 根据权利要求 1 或 2 所述的耐水解聚酯组合物的生产方法,其特征是:封端剂和聚酯混炼温度为 260 ~ 290°C。

一种耐水解聚酯组合物的生产方法

技术领域：

[0001] 本发明涉及一种生产耐水解聚酯组合物的生产方法。

背景技术：

[0002] 聚酯本身具有优良的特性，特别是聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET)、聚对苯二甲酸丙二醇酯 (PTT)、聚萘二甲酸乙二醇酯 (PEN) 和聚对苯二甲酸丁二醇酯 (PBT)，由于其机械、物理、化学性能优异，如机械强度高、耐热、耐化学试剂、透明性好等特点，在各种领域被广泛应用。

[0003] 在干热情况下，聚酯的耐水解性极佳，但是，大部分的聚酯在湿热条件下却极易发生水解断裂。这是因为在高温潮湿的环境下，聚酯主链含有酯键，末端基是羧基和羟基，其极易受其残存末端羧基催化而水解，特别是因为聚酯水解为自加速反应，酸含量增加会加速水解，则末端羧基的含量越高，聚酯的耐水解性越差。水解使的聚酯材料的力学及其它性能迅速严重恶化，这就极大地限制了它在很多领域中的应用。因此，为了扩展其应用领域，有必要对聚酯的耐水解性进行改善。

[0004] 目前大多以加入含有功能官能团的封端剂来改进聚酯的耐水解性。已知专利 CN1312327A 报道含有环氧和氨基基团高分子封端剂来改善聚酯的耐水解性，但封端剂的制备过程复杂。

[0005] 已知也可以通过加入碳化二亚胺或聚碳化二亚胺添加剂改进聚酯抗水解性。U. S. 专利 3193522 公开了采用聚碳化二亚胺的聚酯的稳定，和此专利的实施例 4 公开了采用聚碳二亚胺的共聚醚酯弹性体的稳定，尽管聚碳化二亚胺的加入改进了水解稳定性，但它具有毒性并且价格昂贵的缺点，这不利其使用。

发明内容：

[0006] 本发明的目的就是为了解决现有材料的以上缺陷，提供一种具有优良耐水解性的聚酯组合物及其生产方法。

[0007] 本发明的技术解决方案是：

[0008] 一种耐水解聚酯组合物的生产方法，其特征在于：

[0009] (a) 由芳香族二元羧酸或其衍生物与脂肪族二元醇进行缩聚反应得到含有末端羧基的聚酯，缩聚反应时加入锶化合物、镁化合物、作为稳定剂的磷化合物、氢氧化钾、作为缓冲剂的无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐；缩聚反应得到的含有末端羧基的聚酯与封端剂进行混炼得耐水解聚酯组合物；

[0010] (b) 上述作为稳定剂的磷化合物，相对于聚酯重量，磷化合物中磷元素添加量为 1 ~ 60ppm；

[0011] (c) 上述作为缓冲剂的无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐，相对于聚酯重量，无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐中磷元素添加量为 1 ~ 100ppm；

[0012] (d) 上述封端剂的用量为聚酯重量的 0.01 ~ 10%，其为含有反应活性官能团的硅

烷偶联剂,通式为 $Y(CH_2)_nSiX_3$, $n = 0 \sim 5$, 其中 X 是烷氧基、酰氧基或卤素, Y 是氨基、烷氨基、环氧基、乙烯基或氰基。

[0013] 所述的聚酯是聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET)、聚对苯二甲酸丙二醇酯 (PTT) 和聚对苯二甲酸丁二醇酯 (PBT)、聚萘二甲酸乙二醇酯 (PEN), PET 的共聚物、PBT 的共聚物、PEN 的共聚物或其热塑性弹性体共聚物等, 其中又以 PET 尤佳。

[0014] 磷化合物稳定剂是含磷的酸类化合物。更具体的说是磷酸, 亚磷酸, 优选磷酸。

[0015] 无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐作为缓冲剂是含磷碱金属盐或含磷碱土金属盐。其中含磷碱金属盐、含磷碱土金属盐是磷酸化合物、亚磷酸化合物或次亚磷酸化合物。更详细地说无机磷酸盐缓冲剂是 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、 K_2HPO_4 、 KH_2PO_4 、 Na_2HPO_3 、 K_2HPO_3 、 NaH_2PO_2 、 KH_2PO_2 、 $Ca_3(PO_4)_2$ 、 $Ca(H_2PO_2)_2$ 、 $CaHPO_4$ 、 $CaHPO_3$ 中的一种或几种的组合。

[0016] 本发明所用无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐缓冲剂, 具有耐高温不易挥发的特性, 其中的碱金属一般指的是钾、钠; 碱土金属一般指的是钙、镁。此次所选的碱金属磷化合物。优选的是磷酸化合物, 特选的是磷酸二氢盐。

[0017] 本发明所用的无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐是碱金属磷酸盐, 优选是钠、钾, 特选的是磷酸二氢钠、磷酸氢二钠。

[0018] 相对于聚酯重量的无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐中磷元素添加量为 1 ~ 100ppm。

[0019] 本发明所用来改善 PET 耐水解性所添加的封端剂为含有活性官能团的硅烷偶联剂, 含有的活性官能团为氨基、烷氨基、环氧基、乙烯基、氰基等。含有活性官能团的硅烷偶联剂可用通式 $Y(CH_2)_nSiX_3$ 表示, $n = 0 \sim 5$; X 通常是烷氧基、酰氧基、卤素等, Y 是氨基、烷氨基、环氧基、乙烯基、氰基等具有反应活性的官能团。实例包括: γ -氨基丙基三乙氧基硅烷 (KH550, 分子式为 $NH_2(CH_2)_3Si(OCH_2CH_3)_3$) 和 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷 (KH560, 分子式为 $CH_2OCHCH_2O(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$) 等。

[0020] 本发明所用封端剂的添加量为聚酯重量基准的 0.01 ~ 10%, 优选其添加量为 0.1 ~ 5%。

[0021] 本发明生产过程中, 将聚酯和封端剂加热熔融搅拌混炼, 进行封端反应, 降低聚酯中的末端羧基的含量。混炼方式可依照公开的技术中已有的各种方式达到。一般而言, 可在封闭体系中熔融混炼达到, 例如可利用单螺杆或双螺杆挤出机在足够高的温度下将两者熔融混炼进行封端反应, 亦可于聚酯的聚合反应结束时, 在通入氮气及搅拌下加入封端剂以进行熔融态的封端反应。根据本发明, 混炼的温度在约 260 ~ 290°C, 尤以 270 ~ 280°C 之间为佳。混炼的时间在约 0.5 ~ 10min 尤以 1 ~ 5min 之间为佳。

[0022] 本发明在缩聚反应中添加无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐和含有功能性官能团的硅烷偶联剂作封端剂来降低末端羧基的含量, 使得聚酯具有良好的耐水解性。制得的聚酯可制成各种形式的成品如单丝、纤维、薄膜等, 以供各领域应用。

[0023] 本发明的优点比较明显, 所得的聚酯耐水解性优良, 其末端羧基含量不超过 20eq/t, 色调较好, 聚酯切片经过水解处理后的 % BB 不超过 0.40。

[0024] 下面说明本发明各项指标的测定方法及评价方法。

[0025] (1) 特性粘度 (IV) (dL/g)

[0026] 将 1.6 克的聚酯溶于 20ml 的邻氯苯酚溶液中, 在 25°C 下测定其特性粘度 (IV)。

[0027] (2) 羧基含量 (COOH)

[0028] 采用光学滴定法测定。将聚酯溶于邻-甲酚和氯仿的混合液(重量比 70 : 30)中,加入溴百里酚蓝指示剂,然后用 0.05N 的氢氧化钾的乙醇溶液中进行滴定。

[0029] (3) 色调 L、b 值

[0030] 按国标 GB/T14190-1993 测定。

[0031] (4) 耐水解性指标 % BB

[0032] 取一定量聚酯粒料置于密封的耐水解处理体系,在 155℃、0.46MPa 的水蒸气条件下处理 6h,然后处理后的样品干燥后测定其特性粘度,比较处理前后聚酯切片粘度的变化,反应在聚酯切片的 % BB 的变化。

[0033] $\% \text{BB} = 0.27 \times ([IV_1]^{-4/3} - [IV_0]^{-4/3})$

[0034] 方程中, IV_0 代表水解处理前聚酯的特性黏度, IV_1 代表水解处理后聚酯的特性黏度。

[0035] (5) 磷元素测定法

[0036] 将 5g 聚酯切片在热台上熔融后,用液压机将其压成板状,然后用荧光 X 射线元素分析仪进行测试。

[0037] (6) 异物的观察

[0038] 将 5mg 聚酯切片放在在盖玻片(18mm 方形)上,260℃下加热熔融,待其熔化后再附一片盖玻片,进行压片。在 OLYMPUS BX51,暗室模式下,放大倍数 200 倍,观察异物。水平移动(显微镜),观察标本的全表面,同时统计的直径为 1 ~ 8 μm 的异物个数。

[0039] 为了进一步说明本发明以上的优点,下面将从列举的实施例和比较实施例进行详细的说明。然而,本发明并不只限于下述的实施例。

具体实施方式:

[0040] 实施例 1

[0041] 一种生产耐水解聚酯的方法,在缩聚反应中添加无机磷酸盐缓冲剂;将聚酯经 130℃真空干燥 15 小时后,与封端剂混合,加到 200 转/分及 280℃的双螺杆挤出机中进行封端反应。相对于聚酯重量,无机磷酸盐或复合类无机磷酸盐中磷元素添加量为 1 ~ 100ppm。相对于聚酯重量,封端剂含量为 0.01 ~ 10%。

[0042] 其中聚酯是由对苯二甲酸(日本三井)与乙二醇(BASF 公司)得到的聚对苯二甲酸乙二醇酯。

[0043] 无机磷酸盐缓冲剂具体是指磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),国药集团化学试剂有限公司。

[0044] 封端剂为 KH550(分子式为 $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$),上海耀华化工厂。

[0045] 具体反应过程如下:

[0046] 在 250℃的温度下,使 166 份(重量)对苯二甲酸与 75 份(重量)乙二醇进行直接酯化反应,反应时间为 4 小时,将所得反应产物置于聚合烧瓶中,并与作为聚合的催化剂三氧化二锑化合物(AR,上海试四赫维化工有限公司)中锑元素的添加量 120ppm、醋酸镁化合物(AR,上海通亚精细化工厂)中镁元素的添加量 60ppm、作为稳定剂的磷酸化合物(AR,国药集团化学试剂有限公司)中磷元素的添加量 16ppm,氢氧化钾(AR,广东汕头市西陇化

工厂)中钾元素的添加量 6ppm;磷酸二氢钠化合物中磷元素的添加量 64ppm(其中添加量均为相对于聚酯重量的添加量)进行混和,在大气压下经 1 小时减压至 200Pa 左右,温度经 1.5 小时升温至 290℃,当所述反应完成时,烧瓶内的温度为 290℃,最终压力为 100Pa 左右,所得聚酯的特性粘度为 0.665;重合时间为 2 小时 45 分钟。

[0047] 将聚酯 130℃真空干燥 15 小时后与 1wt% 的 KH550 混合,加到 200 转/分及 280℃ 的双螺杆挤出机中进行封端反应,挤出,切片,干燥。挤出后聚酯切片的色调 L 值为 63.8, b 值为 6.2。聚酯水解处理前的 COOH 含量 15eq/t,经过水解处理后测定其% BB 为 0.36。观察异物结果为:1~8 μm 的异物个数为 24 个,大于 8 μm 为 2 个。

[0048] 实施例 2

[0049] 各化合物用量:相对于聚酯重量的添加量为:

[0050] 磷化合物中磷元素的添加量为 16ppm,

[0051] 锑化合物中锑元素的添加量为 120ppm,

[0052] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,

[0053] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,

[0054] 磷酸二氢钠中磷元素的添加量 64ppm,

[0055] 封端剂 KH560(分子式为

[0056] $\text{CH}_2\text{OCHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$,上海耀华化工厂)的添加量为 0.5wt%。

[0057] 其余同实施例 1,所得聚酯的特性粘度为 0.656,重合时间 2 小时 50 分钟,聚酯切片的色调 L 值为 64.8, b 值为 5.4。聚酯水解处理前的 COOH 含量 17eq/t,经过水解处理后测定其% BB 为 0.40。观察异物结果为:1~8 μm 的异物个数为 22 个,大于 8 μm 为 3 个。

[0058] 实施例 3

[0059] 各化合物用量:相对于聚酯重量的添加量为:

[0060] 磷化合物中磷元素的添加量为 16ppm,

[0061] 锑化合物中锑元素的添加量为 120ppm,

[0062] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,

[0063] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,

[0064] 磷酸氢钙(国药集团化学试剂有限公司)中磷元素的添加量 19ppm,

[0065] 亚磷酸氢钙(国药集团化学试剂有限公司)中磷元素的添加量 49ppm,

[0066] 封端剂 N-β(氨基)-γ-氨基丙基甲基二甲氧基硅烷

[0067] (TM-602)(分子式为

[0068] $\text{N}_2\text{HCH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCH}_3(\text{OCH}_3)_2$,武汉天目科技发展有限公司)的添加量为 2wt%。

[0069] 其余同实施例 1,所得聚酯的特性粘度为 0.659,重合时间 2 小时 55 分钟,聚酯切片的色调 L 值为 66.8, b 值为 6.9。聚酯水解处理前的 COOH 含量 15.2eq/t,经过水解处理后测定其% BB 为 0.33。观察异物结果为:1~8 μm 的异物个数为 28 个,大于 8 μm 为 4 个。

[0070] 实施例 4

[0071] 各化合物用量:相对于聚酯重量的添加量为:

[0072] 磷化合物中磷元素的添加量为 32ppm,

[0073] 锑化合物中锑元素的添加量为 120ppm,

- [0074] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,
- [0075] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,
- [0076] 磷酸二氢钾（国药集团化学试剂有限公司）中磷元素的添加量 53ppm,
- [0077] 封端剂 KH560 的添加量为 0.5wt%。
- [0078] 其余同实施例 1, 所得聚酯的特性粘度为 0.672, 重合时间 3 小时, 聚酯切片的色调 L 值为 64.9, b 值为 6.5。聚酯水解处理前的 COOH 含量 13eq/t, 经过水解处理后测定其 % BB 为 0.31。观察异物结果为: 1 ~ 8 μm 的异物个数为 19 个, 大于 8 μm 为 3 个。
- [0079] 实施例 5
- [0080] 各化合物用量: 相对于聚酯重量的添加量为:
- [0081] 磷化合物中磷元素的添加量为 32ppm,
- [0082] 锑化合物中锑元素的添加量为 120ppm,
- [0083] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,
- [0084] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,
- [0085] 磷酸二氢钠中磷元素的添加量 9.5ppm,
- [0086] 磷酸氢二钠（国药集团化学试剂有限公司）中磷元素的添加量 59.5ppm,
- [0087] 封端剂 KH560 的添加量为 0.5wt%。
- [0088] 其余同实施例 4, 所得聚酯的特性粘度为 0.662, 重合时间 3 小时 5 分钟, 聚酯切片的色调 L 值为 62.5, b 值为 5.8。聚酯水解处理前的 COOH 含量 16eq/t, 经过水解处理后测定其 % BB 为 0.35。观察异物结果为: 1 ~ 8 μm 的异物个数为 27 个, 大于 8 μm 为 2 个。
- [0089] 实施例 6
- [0090] 各化合物用量: 相对于聚酯重量的添加量为:
- [0091] 磷化合物中磷元素的添加量为 40ppm,
- [0092] 锑化合物中锑元素的添加量为 120ppm,
- [0093] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,
- [0094] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,
- [0095] 磷酸二氢钠中磷元素的添加量 79ppm,
- [0096] 封端剂 KH550 的添加量为 0.1wt%。
- [0097] 其余同实施例 1, 所得聚酯的特性粘度为 0.660, 重合时间 3 小时 20 分钟, 聚酯切片的色调 L 值为 65.9, b 值为 5.2。聚酯水解处理前的 COOH 含量 14eq/t, 经过水解处理后测定其 % BB 为 0.30。观察异物结果为: 1 ~ 8 μm 的异物个数为 30 个, 大于 8 μm 为 2 个。
- [0098] 对比实施例 1
- [0099] 各化合物用量: 相对于聚酯重量的添加量为:
- [0100] 磷化合物中磷元素的添加量为 16ppm,
- [0101] 锑化合物中锑元素的添加量为 120ppm,
- [0102] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,
- [0103] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm。
- [0104] 其余同实施例 1 聚合部分, 所得聚酯的特性粘度为 0.665, 重合时间 2 小时 55 分钟, 聚酯切片的色调 L 值为 63.7, b 值为 7.5。聚酯水解处理前的 COOH 含量 29eq/t, 经过水解处理后测定其 % BB 为 0.95。观察异物结果为: 1 ~ 8 μm 的异物个数为 18 个, 大于 8 μm

为 1 个。

[0105] 对比实施例 2

[0106] 各化合物用量 :相对于聚酯重量的添加量为 :

[0107] 磷化合物中磷元素的添加量为 16ppm,

[0108] 铈化合物中铈元素的添加量为 120ppm,

[0109] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,

[0110] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,

[0111] 封端剂 KH550 的添加量为 1wt%。

[0112] 其余同实施例 1,所得聚酯的特性粘度为 0.661,重合时间 2 小时 50 分钟,聚酯切片的色调 L 值为 61.8, b 值为 6.8。聚酯水解处理前的 COOH 含量 23eq/t,经过水解处理后测定其 % BB 为 0.67。观察异物结果为 :1 ~ 8 μ m 的异物个数为 24 个,大于 8 μ m 为 2 个。

[0113] 对比实施例 3

[0114] 各化合物用量 :相对于聚酯重量的添加量为 :

[0115] 磷化合物中磷元素的添加量为 16ppm,

[0116] 铈化合物中铈元素的添加量为 120ppm,

[0117] 镁化合物中镁元素的添加量为 60ppm,

[0118] 氢氧化钾中钾元素的添加量为 6ppm,

[0119] 磷酸二氢钠中磷元素的添加量 120ppm,

[0120] 封端剂 KH550 的添加量为 1wt%。

[0121] 其余同实施例 1,所得聚酯的特性粘度为 0.664,重合时间 4 小时 15 分钟,聚酯切片的色调 L 值为 64.0, b 值为 9.9。聚酯水解处理前的 COOH 含量 14eq/t,经过水解处理后测定其 % BB 为 0.34。观察异物结果为 :1 ~ 8 μ m 的异物个数为 45 个,大于 8 μ m 为 12 个。

[0122] 在改善聚酯耐水解性的同时我们需考察其它性能,如切片中的异物,过多添加剂的加入会在切片中带来异物,尺寸大于 8 μ m 的异物数目过多时将给制品的性能,尤其在聚酯的制膜中带来较大的影响。通过以上实施例和比较例可以看出,在聚合反应中添加磷酸稳定剂和无机磷酸盐或复合无机磷酸盐缓冲剂,并在后期添加含有反应性官能团的硅烷偶联剂作为封端剂可明显降低 % BB 值,提高聚酯的耐水解性。无机磷酸盐或复合无机磷酸盐缓冲剂和封端剂的加入后,产生大尺寸异物的数目较少,在允许的范围之内,对聚酯的制膜不会产生影响。

[0123] 在实施例和比较例中可以了解到磷酸稳定剂可提高聚酯的各方面性能,若量太多会影响聚合时间。无机磷酸盐或复合无机磷酸盐的量能改善聚酯耐水解性,但过量的磷酸盐也会影响聚合时间,聚合物色调,从而影响末端羧基的含量,同时也会带来大量的异物,所以其添加量是值得注意的问题。含有活性官能团的硅烷偶联剂封端剂对聚酯的耐水解性的改善比较明显,但同时切片的色调有所影响,因此,我们要结合这两者的优势,并且其用量要在一定的范围内才能达到最佳的效果。

[0124] 附表 :

[0125]

项目	H ₃ PO ₄ as P (ppm)	磷酸盐中磷金属元素的添加量 (ppm)		封端剂 (wt%)	聚酯性质						
					特性粘度	重合时间 (h:min)	L/b 值	水解前端羧基含量 (eq/t)	% BB	异物数目	
										1 μm < φ < 8 μm	φ > 8 μm
实施例 1	16	64 NaH ₂ PO ₄	-	1 (KH550)	0.665	2:45	63.8/6.2	15	0.36	24	2
实施例 2	16	64 NaH ₂ PO ₄	-	0.5 (KH560)	0.656	2:50	64.8/5.4	17	0.40	22	3
实施例 3	16	19 CaHPO ₄	49 CaHPO ₃	2 (TM-602)	0.659	2:55	66.8/6.9	15	0.33	28	4
实施例 4	32	53KH ₂ PO ₄	-	0.5 (KH560)	0.672	3:00	64.9/6.5	13	0.31	19	3
实施例 5	32	9.5 NaH ₂ PO ₄	59.5 Na ₂ HPO ₄	0.5 (KH560)	0.662	3:05	62.5/5.8	16	0.35	27	2
实施例 6	40	79 NaH ₂ PO ₄	-	0.1 (KH550)	0.66	3:20	65.9/5.2	14	0.30	30	2
对比实施例 1	16	-	-	-	0.665	2:55	63.7/7.5	29	0.95	18	1
对比实施例 2	16	-	-	1 (KH550)	0.661	2:50	61.8/6.8	23	0.67	24	2
对比实施例 3	16	120 NaH ₂ PO ₄	-	1 (KH550)	0.664	4:15	64.0/9.9	14	0.34	45	12