



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223 463

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 06 81
(21) PV 4487-81

(51) Int. Cl.³ C 08 G 63/18
D 01 F 6/62

(40) Zveřejněno 28 01 83
(45) Vydáno 01 05 84

(75)

Autor vynálezu SÜSSER OTAKAR ing., TÁBOR
BLAŽEK JIŘÍ ing.,
SVOBODA JOSEF, SEZIMOVO ÚSTÍ

(54) Způsob nepřetržité přípravy polyesterů modifikovaných deriváty kyseliny izoftalové

Způsob nepřetržité výroby polyesterových vláken modifikovaných deriváty kyseliny izoftalové dle vynálezu dovoluje výrobu srážlivých i nesrážlivých kopolyesterových vláken na nepřetržitě pracujících výrobních linkách vybavených přímým zvlákněním kopolymeru taveniny. Tekutý kopolymer, který je roztokem či taveninou modifikační složky se nepřetržitě dává do výrobní linky do části, v němž probíhá výměnná esterifikace dimethyltereftalátu etylenglykolem případně do počátečního stadia polykondenzace v takovém množství, aby kopolymer obsahoval požadovaný podíl izoftalové složky. Místo vstupu modifikační složky do nepřetržitě pracující výrobní linky se určuje se zřetelem ke složení použitého modifikačního komonomeru a jeho teplotě. Produktem je přímo zvlákněvané kopolyesterové vlákno.

223 463

Vynález řeší způsob výroby polyesterových vláken modifikovaných deriváty kyseliny izoftalové nepřetržitým postupem.

Polyesterová vlákna modifikovaná deriváty kyseliny izoftalové jsou známa a vyrábí se v sráživém a nesráživém provedení ve formě stříží. Výroba se provádí vsázkovým výrobním postupem a spočívá ve výměnné esterifikaci dimethyltereftalátu a dimethylizoftalátu etylenglykolem, při níž se uvolňuje metanol a vzniká směs bis-(2-hydroxyetyl)esteru kyseliny tereftalové a izoftalové, které v následující výrobní operaci kopolykondenzují. Získaný kopolymer se po ochlazení granuluje, suší a tavným způsobem zvláknuje. Šaržovitý postup přípravy kopolyesterů je nevýhodný. Nepřetržitá výroba polyesterových vláken uskutečňovaná v systému průtočných reaktorů pracujících při různém technologickém režimu, kde do prvního vstupují suroviny a z posledního se plynně odvádí tavenina polymeru, která se přímo zvláknuje, je jednodušší a ekonomicky výhodnější než šaržovitý postup. Při nepřetržité výrobě odpadá granulace a sušení polymeru a spotřeba energie jakož i pracnost je menší. Přímé přidávání izoftalové složky s hlavními surovinami na vstup do nepřetržitě pracující linky je technicky náročné a obtížné, neboť se jedná o dávkování tuhé látky v předepsaném poměru k hlavním složkám.

Výroba polyesterů s obsahem izoftalové složky na nepřetržitě pracujícím výrobním zařízení je umožněna postupem podle tohoto vynálezu, podle kterého se nepřetržitě dávkuje roztok bis-(2-hydroxyetyl)esteru kyseliny izoftalové v etylenglykolu, případně taveniny oligomerů bis-(2-hydroxyetyl)esteru kyseliny izoftalové do výrobní linky pro nepřetržitou výrobu polyesterového vlákna. Přidávaná složka je kapalná a uvádí se do výrobní linky v množství nastaveném dle výkonu linky a požadovaného podílu modifikační složky ve vyráběném vlákně. Vstupní místo modi-

fikační složky do výrobní linky je voleno tak, aby podíl etylen-glykolu v modifikační složce byl nižší nebo rovný podílu etylen-glykolu v hlavním proudu ve výrobní lince. Modifikační složka se připravuje v pomocném zařízení esterifikací kyseliny izoftalové etylenglykolem.

Postup podle vynálezu umožňuje při výrobě polyesterového vlákna modifikovaného izoftalovou složkou dosáhnout ekonomických výhod daných vyšší kvalitou připraveného kopolyesteru a nižšími náklady na energii a zařízení. Tyto nižší náklady vyplývají ze skutečnosti, že způsob dle vynálezu nevyžaduje zvláštní tavící zařízení tuhých přísad ani regulaci poměru přidávání modifikační složky k hlavní tereftalové složce. Výhodou je i možnost přechodu z výroby modifikovaného na nemodifikované vlákno a naopak s malými ztrátami polymeru, neboť výrobní linka před vstupem modifikační složky pracuje v obou případech při stejném technologickém režimu.

Příklad 1

Výměnná esterifikace dimethyltereftalátu etylenglykolem se uskutečňovala v kaskádě sedmi míchaných průtočných reaktorů tak, že molární poměr vstupujícího dimethyltereftalátu k etylenglykolu byl 1 : 1,55 a teplota v jednotlivých stupních kaskády postupně stoupala z 440 K v prvním členu na 508 K v posledním členu. Dávkování dimethyltereftalátu bylo 430 kg/h a s etylenglykolem byly dávkovány octan manganatý v množství 0,11 hm¹%, octan antimonitý v množství 0,12 hm¹% na etylenglykol. Do prvního členu byl ply-nule dávkován roztok bis-(2-hydroetyl)esteru kyseliny izoftalové (HEI) v etylenglykolu s koncentrací 75 hm¹% esteru a teplotou 445 K tak, že molární poměr tereftalového podílu k izoftalovému byl 23 : 2. Roztok obsahoval 0,15 hm¹% octanu zinečnatého počítaného na HEI. Produkt z kaskády míchaných reaktorů byl dále ve třech stupních kopolykondenzován. V prvním stupni, který byl tvořen míchaným průtočným reaktorem byla teplota 538 K a absolutní tlak 14,3 kPa. Druhý a třetí stupeň byly tvořeny ležatými válcovými reaktory s vnitřní členitou vestavbou, která zajišťovala "pístový tok", při čemž ve druhém stupni byla teplota 553 K a absolutní tlak 0,93 kPa a ve třetím stupni teplota 560 K a absolutní tlak 0,46 kPa. Získaný kopolymer byl nepřetržitě přímo

223 453

zvlákňován. Vláknem vykazovalo podobné fyzikální, strukturní i zpracovatelské vlastnosti jako vlákno ze šaržovitého postupu. Zatímco vlákno získané šaržovitým postupem bylo zpracovatelné pouze jako stříž, modifikované vlákno vyrobené postupem podle vynálezu bylo použitelné i pro modernější postup zpracování ve formě řezacích a trhacích kabelů.

Příklad 2

Na zařízení a postupem podle příkladu 1 byla provedena výměnná esterifikace dimethyltereftalátu etylenglykolem, při čemž v posledním členu kaskády míchaných reaktorů byla teplota 506 K a produkt obsahoval 4% volného etylenglykolu a konverze výměnné esterifikace byla trvale vyšší než 99,9%. Do prvního průtočného polykondenzačního reaktoru byla trvale uváděna tavenina obsahující jako hlavní složky 34 hm. % bis-(2-hydroxyetyl)esteru kyseliny izoftalové, 36 hm. % jejího dimeru a 30 hm. % jejího trimeru. Kopolykondenzací této taveniny s reakční směsí z kaskády míchaných reaktorů v prvním polykondenzačním reaktoru byl získán předpolykondenzát, který po průchodu dalšími dvěma polykondenzačními reaktory byl přímo zvlákňován a výsledné vlákno mělo vlastnosti shodné s vláknem získaným dle příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob nepřetržité přípravy modifikovaných poly²esterů deriváty kyseliny izoftalové, vyznačující se tím, že modifikační složka, již je tavenina produktu esterifikace kyseliny izoftalové nebo výměnné esterifikace dimethylizoftalátu etylenglykolem s obsahem do 50% volného etylenglykolu, se nepřetržitě uvádí a směřuje s hlavním proudem tvořeným produktem výměnné esterifikace dimethyltereftalátu etylenglykolem nebo esterifikace kyseliny tereftalové etylenglykolem s obsahem do 20% volného etylenglykolu, při čemž molární poměr izoftalové k tereftalové složce se nastavuje v rozmezí od 0,005 do 0,2, rozdíl obsahu volného etylenglykolu v tavenině modifikační složky a v hlavním proudu není větší než 30% a rozdíl teplot obou směřovaných proudů není větší než 150 K.