



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232936

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 11 03 83
(21) (PV 1691-83)

(40) Zveřejněno 17 07 84

(45) Vydáno 15 08 86

(51) Int. Cl.³
C 08 G 63/46,
D 01 F 6/84

(75)
Autor vynálezu

VANIČEK JIŘÍ RNDr. CSc., SÜSSER OTAKAR ing., TÁBOR,
SVOBODA JOSEF, HLAŽEK JIŘÍ ing., SEZIMOVO ÚSTÍ

(54) Způsob nepřetržitě přípravy modifikovaných polyesterových vláken

Modifikovaný polyester na bázi ethylen-glykoleterftalátu pro zvláknování se připravuje nepřetržitým přiváděním směsného produktu kombinované esterifikace kyseliny isoftalové a monosalkalické soli kyseliny 5-sulfbisoftalové ethylenglykolem do nízkomolekulární části výrobní linky pro nepřetržitou přípravu polyesterových vláken. Poměr průtoku směsného produktu, v němž je stálý podíl obou složek a průtoku tereftalové složky v místě vstupu komonomerů do výrobní linky je nastavitelný.

Vynález řeší způsob nepřetržité přípravy polyesterových vláken kombinovanou modifikací deriváty kyseliny isoftalové.

Dosud se průmyslově vyrábí nepřetržitým způsobem polyester polyetyltereftalátového typu s jednoduchou modifikací například podle Čs. AO 181 508 přidávkou diglykolesteru monosodné soli kyseliny sulfoisoftalové do předních stadií procesu. Šeršovitým způsobem se vyrábí polyester modifikované kyselinou isoftalovou, která se do procesu přivádí se základními surovinami dimetyltereftalátem a etylenglykolem, ve formě dimetylisoftalátu. V Čs. AO 173 918 je popsán postup jednoduché nebo kombinované modifikace polyesterových vláken polyetyltereftalátového typu přidávkou a zamísením taveniny polymerních modifikačních koncentrátů do základního polymeru před zvlákňováním. Tento postup má vedle řady výhod, ke kterým patří zvláště to, že průběh výměnné esterifikace a polykondenzace základního polykondenzátu není ovlivněn modifikačními složkami, a že změna sortimentu na kontinuální lince je spojena s malým výpadkem nestandardního přechodového materiálu, závažné nevýhody. K nevýhodám koncentrátového způsobu zvláště u nepřetržité výroby polyesterových vláken patří značná složitost a nákladnost při přípravě a přidávání taveniny koncentráту do taveniny hlavního proudu. Granuláty koncentrátů je nutné ve velkém množství náročně připravovat na separátním zařízení, dokonale je sušit, což bývá zvláště u modifikačních koncentrátů vzhledem k lepivosti a citlivosti vůči hydrolytické a termické degradaci, náročné. Po vysušení je nutné je opět tavit, přesně dávkovat a směšovat s hlavním proudem. Celý postup se tak stává strojně i energeticky náročným.

Nedostatky známých způsobů kombinované modifikace polyesterových vláken jsou odstraněny postupem podle vynálezu, jehož podstatou je příprava dvousložkového roztoku či taveniny modifikačního činidla jako směsného produktu a jeho dávkování do nízkomolekulární části nepřetržité výroby polyesteru. Poměr isoftalové a 5-sulfoisoftalové složky ve směsném produktu je při tom stálý. Obsah volného etylenglykolu a teplota hlavního proudu a směsného produktu nejsou příliš rozdílné. Molární poměr isoftalové složky ve směsném produktu k tereftalové složce hlavního proudu se nastavuje dávkovacími prvky v rozsahu 0,006 do 0,25.

Předmětem vynálezu je způsob nepřetržité přípravy modifikovaných polyesterových vláken na bázi etylenglykoltereftalátu výměnnou esterifikací dimetyltereftalátu nebo esterifikací kyseliny tereftalové etylenglykolem, polykondenzací a zvlákňováním, který zahrnuje kombinovanou modifikaci polyesteru jednotkami na bázi kyseliny isoftalové a kyseliny 5-sulfoisoftalové vyznačující se tím, že se modifikace provádí glykolickým ragtokem modifikačních složek představovaných diglykolestery kyseliny isoftalové a 5-sulfoisoftalové obsahujícím 0,5 % až 60 % hmot. volného etylenglykolu, který se nepřetržitě uvádí do předpolykondenzátu obsahujícího 0,5 % až 30 % hmot. volného etylenglykolu, při čemž rozdíl teplot směšovaných proudů je 0 až 130 K.

Modifikovaná vlákna vyráběná kombinovanou modifikací podle vynálezu vynikají zlepšenou vybarvitelností a sníženým sklonem ke žmolování, lze je vyrábět ve sárčtivé i nesárčtivé úpravě. K výhodám patří to, že poměr modifikačních složek je stálý a dávkování směsného produktu je vzhledem k jeho relativně nízké viskozitě spolehlivé a snadno proveditelné. Tak se dosahuje definovaného složení vyrobeného kopolyesteru a stálosti jeho vlastností. Podobnost obou směšovaných proudů dává nepřítis odlišnou teplotou a obsahem volného etylenglykolu umožňuje provádět směšování bez rozkolísání technologických parametrů hlavní linky. Postup podle vynálezu je jednoduchý, nevyžaduje přípravu, sušení, tavení granulovaného koncentráту jako dříve popsaný koncentrátový způsob je strojně, technologicky i energeticky méně náročný, při dobrých celkových, kvalitativních a ekonomických výsledcích. Způsob podle vynálezu spojuje výhody koncentrátového postupu s dávkováním modifikačních složek před zvlákňováním se způsobem, kdy se modifikační složky vnášejí do základních surovin na hlavní lince, a je možné je s těmito způsoby, při výrobě vláken modifikovaných větším počtem přísad, kombinovat.

Způsob přípravy kopolesterových vláken dle tohoto vynálezu je objasněn v následujících příkladech.

Příklad 1

Do reaktoru s míchadlem, topným pláštěm a dělicí kolonou s řiditelným zpětným tokem bylo naváženo:

80 kg monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové

200 kg kyseliny isofthalové

1,7 kg octanu zinečnatého

0,5 kg chloridu sodného

a odměřeno:

0,760 m³ etylenglykolu.

Při teplotě 198 °C směs zareagovala během 6 hodin, při čemž z hlavy kolony bylo odvedeno 55 dm³ destilátu obsahujícího 0,3 % etylenglykolu a zbytek voda.

Získaný roztok diglykolesterů byl v množství 143,6 kg/h pístovým čerpadlem dávkován za poslední přeesterifikační stupeň nepřetržitě pracující výrobní linky s přímým zvláknováním polyesterových vláken, jejíž výkon byl 440 kg/h. Teplota produktu v místě vstupu byla 253 °C a obsah volného etylenglykolu 8,3 % hm. Následná kopolymerace proběhla ve třech stupních, konečná teplota byla 284 °C a tlak 500 Pa. Kopolymerní tavenina byla přímo zvlákněna a po vydloužení získáno modifikované polyesterové vlákno se zlepšenou vybarvitelností a sníženým sklonem ke žmolkování.

Příklad 2

Do reaktoru jako v příkladu 1 bylo naváženo:

60 kg monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové

210 kg kyseliny isofthalové

1,6 kg octanu manganatého

0,35 kg chloridu sodného

a odměřeno:

0,740 m³ etylenglykolu.

Při teplotě 198 °C směs zareagovala za 5,5 hodin a z hlavy kolony bylo odvedeno 53,7 dm³ destilátu tvořeného vodou s obsahem 0,2 % etylenglykolu.

Získaný roztok diglykolesterů byl v množství 115,2 kg/h pístovým čerpadlem dávkován do prvního polykondenzačního stupně nepřetržitě pracující výrobní linky s přímým zvláknováním polyesterových vláken, jejíž výkon byl 476 kg/h. Teplota produktu v místě vstupu byla 272 °C a obsah volného etylenglykolu 0,3 %. Tlak v prvním polykondenzačním stupni byl 8 kPa. Technologické parametry v dalších uslech byly stejné jako v příkladu 1.

Příklad 3

Esterifikace monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové etylenglykolem byla provedena Šaršovitým postupem na zařízení popsaném v příkladu 1. Do reaktoru bylo předloženo 700 kg etylenglykolu, který byl předehřát na 120 °C a za stálého míchání bylo vneseno 250 kg monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové, 2 kg octanu manganatého a 0,5 kg chloridu sodného. Esterifikace byla dokončena po šesti hodinách při konečné teplotě 200 °C. Reakční voda byla odváděna z hlavy kolony. Reakční směs byla nepřetržitě ze zásobníku uváděna pístovým čerpadlem do první komory nepřetržitě pracující sedmikomorové míchané kaskády, opatřené dělicí náplňovou kolonou, v množství 60 kg/h. Do první komory byl pístovým čerpadlem uváděn etylenglykol v množství 50 kg/h a tavenina dimetylisofthalátu v množství 80 kg/h. Výměnná esterifikace probíhala za normálního tlaku při postupně se zvyšující teplotě od 160 °C do 250 °C s průměrnou dobou setrvání 5 hodin.

Produkt výměnné esterifikace byl nepřetržitě dávkován přes regulační ventil do potrubí před první polykondenzační reaktor nepřetržitě pracující linky pro výrobu polyesterových vláken s přímým zvlákněním s výkonem 870 kg/h taveniny modifikovaného polyetylen-tereftalátu. Po vydloužení byla získána kvalitní modifikovaná polyesterová vlákna se zlepšenou vyberovitostí a sníženým sklonem ke žmolkování.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob nepřetržité přípravy modifikovaných polyesterových vláken na bázi etylen-glykoltereftalátu výměnnou esterifikací dimethyltereftalátu nebo esterifikací kyseliny tereftalové etylenglykolem, polykondenzací a zvlákněním, který zahrnuje kombinovanou modifikaci polyesteru jednotkami na bázi kyseliny isoftalové a kyseliny 5-sulfoisofthalové vyznačující se tím, že se modifikace provádí glykolickým roztokem modifikačních složek představovaných diglykolastery kyseliny isoftalové a 5-sulfoisofthalové obsahujícím 0,5 % až 60 % hmot. volného etylenglykolu, který se nepřetržitě uvádí do předpolykondenzátu obsahujícího 0,5 % až 30 % hmot. volného etylenglykolu, při čemž rozdíl teplot směřovaných proudů je 0 až 130 K.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že molární poměr jednotek 5-sulfoisofthalových k jednotkám isoftalovým v modifikační složce je 0 až 1,2.