



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBRŮBY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

258737
(11) (B1)

(22) Prihlášené 21 11 86
(21) (PV 8461-86.A)

(40) Zverejnené 15 01 88

(45) Vydané 15 01 89

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 63/18
C 08 G 63/48

(75)
Autor vynálezu LACKO VLADIMÍR ing. CSc., SVIT

(54) Spôsob výroby modifikovaných vláknotvorných polyesterov obsahujúcich alkalickú soľ sulfoskupiny

1

2

Pri spôsobe výroby modifikovaných vláknotvorných polyesterov, obsahujúcich alkalickú soľ sulfoskupiny, sa vznik diglykolu vyvolaný pôsobením alkalickéj soli sulfoskupiny, obmedzuje prísadou amónnych solí s organickými kyselinami s pK_A vyšším ako 4,2.

Predmetom vynálezu je spôsob výroby modifikovaných vláknotvorných polyesterov, obsahujúcich alkalickú soľ sulfoskupiny, pri ktorom sa vznik diglykolu pri výrobe polyméru potláča prísadou neutrálnych, alebo zásaditých amónnych solí.

Modifikované polyesterové vlákna, ktorých spôsob výroby je predmetom tohto vynálezu, sú kopolyestermi kyseliny tereftalovej, modifikačnej zložky obsahujúcej alkalickú soľ sulfoskupiny a etylénglykolu. Najčastejšie používané modifikačné zložky sú monosodná soľ kyseliny 5-sulfoizoftalovej, alebo draselná soľ kyseliny sulfotereftalovej. Tieto zložky sa používajú buď vo forme dimylesteru, alebo voľné kyseliny sa vopred esterifikujú etylénglykolom.

Alkalická soľ sulfoskupiny pri preesterifikácii a polykondenzácii spôsobuje vznik diglykolu, ktorý zhoršuje vlastnosti vlákien. Podľa vynálezu, chráneného čs. patentom č. 138 580 sa vznik diglykolu potláča prísadou neutrálnych, alebo slabo zásaditých solí sodíka, draslíka, alebo horčíka. Účinok týchto prísad na potláčanie vzniku diglykolu sa vysvetľuje tým, že deaktivujú sulfoskupinu. Preto takéto látky sa nazývajú deaktivčné príslady.

Pri postupe podľa čs. patentu č. 138 580 sa nepodarilo vznik diglykolu potlačiť amónnymi soľami. Teraz sa zistilo, že príčina spočívala v tom, že sa ako deaktivčné príslady skúšali amónne soli so silnými kyselinami, ktoré reagujú kyslo.

Podľa tohto vynálezu deaktivčný účinok vykazujú amónne soli so slabými organickými kyselinami, ktoré sú neutrálne, alebo slabo zásadité. Účinok spočíva v pôsobení $-NH_4$ katiónu. Anión organickej kyseliny nemá podstatnejší vplyv, jedine sa požaduje, aby organická kyselina dávala neutrálnu, alebo slabo zásaditú soľ, prípadne aj nepatrne kyslú. Disociačná konštanta amoniaku je $1,7 \cdot 10^{-5}$, čo zodpovedá pK_B 4,76 [záporný logaritmus disociačnej konštanty].

Silnejšie organické kyseliny ako sú mravčia a šťavelová nevyhovujú. Účinné začínajú byť soli kyselín, ktoré majú pK_A od 4,2, dobrý účinok majú kyseliny s pK_A 4,8 a vyššie. Vhodné sú soli kyselín ako sú napríklad octová, propionová, maslová, maleinová, jantarová. Z aromatických kyselín účinné sú amónne soli kyselín izoftalovej, tereftalovej, o niečo nižší účinok má kyselina benzoová.

Keďže sú početné amónne soli početných kyselín, je výhodné vybrať prístupné a lacné kyseliny.

Modifikované vlákna obsahujú najčastejšie 2—2,5 molárnych % modifikačnej zložky s alkalickou soľou sulfoskupiny. Množstvo deaktivčnej príslady sa obvykle udáva v hmotnostných % vzhľadom na modifikačnú zložku. Pri použití amónnych solí ako deaktivčných prísad, dobrý účinok sa dosahuje pri množstve 1—2 hmot. %. Účinok sa mierne zvyšuje po cca 5 hmot. %.

Výroba polyméru sa robí bežným spôsobom, aký sa používa pre vláknotvorné polyester. Deaktivčná príslada sa obvykle pridáva spolu s modifikačnou zložkou.

Príklad

Do laboratórneho polykondenzačného zariadenia sa navážilo 42,7 g dimetyltereftalátu, 1,4 g sodnej soli dimylesteru kyseliny 5-sulfoizoftalovej, 31,6 g etylénglykolu, 2,5 ml 2 % roztoku octanu zinočnatého. Súčasne sa pridali deaktivčné príslady podľa dolu uvedenej tabuľky. Teplota sa postupne zvyšovala. Preesterifikácia sa skončila pri 198 °C. Pri ďalšom zvyšovaní teploty sa oddestilovával nadbytočný etylénglykol. Pri teplote 255 °C sa začal behom 15 minút znižovať zbytkový tlak až po 75 Pa. Teplota sa postupne zvyšila na 285 °C. Potom sa polykondenzovalo ešte 90 minút. U pripravených polymérov sa stanovila teplota topenia, ktorá je mierou obsahu diglykolu. Získali sa tieto výsledky:

Deaktivčná príslada	Množstvo hmot. %	Teplota topenia polyméru, °C
Bez príslady	—	223
Mravčan amónny	2	230
Octan amónny	1	246
Octan amónny	2	248
Octan amónny	5	249
Propionan amónny	2	247
Adipan amónny	2	246
Benzoan amónny	2	245
Izofitalan amónny	2	248
Tereftalan amónny	2	247

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby modifikovaných vláknotvorných polyesterov, obsahujúcich alkalickú soľ sulfoskupiny, vyznačený tým, že pri výrobe polyméru z dimetyltereftalátu, alebo kyseliny tereftalovej etylénglykolu a

modifikačnej zložky, sa pridá 0,1—5 hmotnostných %, počítaných vzhľadom na modifikačnú zložku, amónnej soli organickej kyseliny s pK_A vyšším ako 4,2.