

涤纶亲水整理剂

A W O 的研制

鉴定材料之二

纺织部纺织科学研究院合成纤维纤维所

抗静电专题组

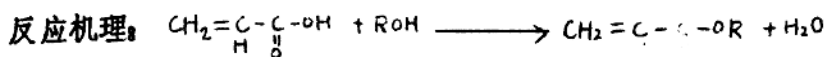
一九八七年八月

亲水整理剂 A W O 的研制

抗静电剂 A W O 是非离子型酯类化合物，无毒无腐蚀性。其合成原理简单，但工艺较难控制。经百余次反复试验摸索，现已形成比较完整的工艺路线。在 2.5 L 反应釜中试验得到了合格的产品，现已扩大至 10 L 反应釜。

一、合成

按一定克分子比把 A、B 及溶剂、阻聚剂加入到反应器中，搅拌均匀，在搅拌下慢慢加入催化剂，加热至回流温度，进行酯化反应。当出水量达到理论出水量时，停止加热。反应物冷却后加碱中和至 PH 6。然后减压蒸馏除去溶剂，得到约 60% 的水溶液。或者中和后先除去水，然后真空脱溶剂。这样可得到 90% 以上的无水 A W O。



(A)

二、产品测试

1. 固体含量（重量法）

测出后扣去相应的热量即得。

2. 皂化法

皂化值的大小反映了酯化程度的高低，测定方法如下：

准确称取 2 g 左右的样品于 250 ml 锥形瓶中，加入 15 ml

约 0.5 N 氢氧化钾的乙醇溶液，迴流皂化 1 小时。稍冷后用 15 ml 95% 的乙醇洗涤冷凝管。待完全冷却后，加 10 滴酚酞指示剂。用约 0.2 N 的盐酸滴定至粉红色恰好褪去。同时进行空白实验和校正样品溶液酸度的实验。

$$\text{计算: 皂化值} = \frac{(V' - V) N \cdot 56.11}{W} - \text{酸值} \quad \text{mg KOH/g}$$

$$\text{酸 值} = \frac{V_1 N_1 \cdot 56.11}{W_1} \quad \text{mg KOH/g}$$

上两式中：

V' ：空白所消耗的盐酸的毫升数；

V ：样品所消耗的盐酸的毫升数；

V_1 ：样品所消耗的氢氧化钠的毫升数；

N ：盐酸标准溶液的浓度； N_1 ：氢氧化钠标准溶液浓度

W, W_1 ：样品的重量。

测出的皂化值除样品的固体含量，可得出相当于纯样品的皂化值。

$$\text{纯样皂化值} = \frac{\text{实测皂化值}}{\text{样品固体含量}}$$

3. 水溶液比重的测定

使用标准比重计测定不同浓度和不同温度下的比重。见表 1、表 2

及图 1

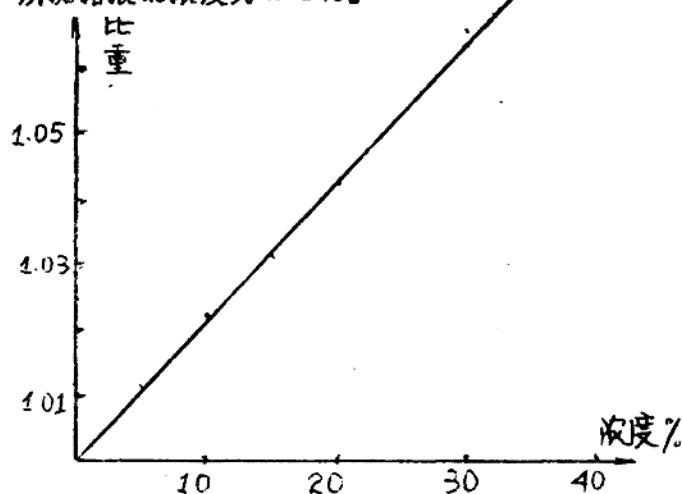
表 1 浓度与比重的关系 (20℃下)

浓度%	5	10	15	20	30	35
比重	1.0109	1.0218	1.0311	1.0418	1.0651	1.0740

表 2 温度与比重的关系

温度℃	10	20	30	40
比 重	1.0441	1.0419	1.0379	1.0330

注: 所测溶液的浓度为 20%。



44 产品指标一 (20%亲水剂)

皂化值 mgKOH/g > 65 (对 100% 固含量)

PH 值 ~ 6

水分 ~ 80%

色泽 浅黄

外观 不分层的均匀溶液

比重 1.04 g/ml (20%溶液)

三、讨论与结论

1. 反应时间对皂化值的影响

① 同批试验的比较, 见表5

表5 反应时间对皂化值的影响

反应时间(小时)	4.5	10.5	16	22.5
皂化值 mgKOH/g	49	52	62	68
脱水率%	71	87	92	96

② 不同批试验的比较

表6 反应时间对皂化值的影响

批 号	123	125	29	30	32
规 模 (ml)	250	250	2000	2000	2000
反应时间(小时)	4	8	10	14	21
皂化值 (mgKOH/g)	49	54	68	74	81
脱 水 率 %	>90	>90	94	>100	>100

从以上二表看出，脱水率虽然能控制反应终点，但由于原料中可能代入水，以及其它因素，应将水尽量脱完，才能将反应完成得更佳。

2. 防止凝胶化

在反应过程中，有时发现有自聚现象，为防止自聚而产生凝胶。经反复试验，发现原料质量，助剂用量，溶剂用量，后处理条件等等都会影响凝胶的生成。严格控制以上条件，就能得到能长期贮存的产品。

3. 产品浓度及阻聚剂含量对贮存时间的影响。

表 7

产品浓度 %	阻聚剂添加量 P P M	贮存时间
20	X	> 一年
50	X	< 1 周
	2 X	> 3 个月
80	X	1 天
> 90	4 X	目前已有二个月未凝胶化

从上看，当浓度 20% 以下时，可贮存较长的时间。增加阻聚剂的量也能在较高浓度下，贮存一定时间。

但一旦样品中已含有活化的自由基时，无论降低浓度或增加阻聚剂都无法阻止其进一步聚合。

四、结论

1. 用酯化法合成抗静电剂的路线，在目前是简易可行的，因为
①原料易得，②设备简单，③成本较低。因此便于推广。
2. 在合成过程中易于凝胶化的现象，可以从原料、配料比、及后处理条件进行控制。
3. 产品性能稳定，目前已做到20%水溶液贮存一年以上。