

1
2
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49968

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 21.V.1964 (P 104 616)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.VIII.1965

Kl 29 b, 3/70

MKP D 01 f

UKD

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Marian Sobolewski, mgr inż. Włodzimierz Wroński, mgr inż. Tadeusz Myszkowski, inż. Edmund Malinowski, inż. Jerzy Holeczek, mgr Jan Cłapiński, inż. Rita Bykowska, mgr inż. Emil Kraul, inż. Zbigniew Rybicki, mgr Halina Skórecka, mgr Izabela Ligier

Właściciel patentu: Zakłady Włókien Sztucznych „Anilana”, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania włókien wełnopodobnych z polialkoholu winylowego modyfikowanego białkiem

1
Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania włókien wełnopodobnych z polialkoholu winylowego modyfikowanego białkiem.

Najbardziej zbliżone swymi własnościami do wełny są włókna białkowe produkowane z białek roślinnych lub zwierzęcych. Wytwarza się je przez tłoczenie alkalicznego roztworu tych białek przez filiere do kąpeli koagulacyjnej, a następnie uformowane włókno obrabia się kolejno w kąpielach solnych, glinowych i formalinowych, przy stopniowym rozciąganiu włókna. Roztwór przedzalniczy zawiera 18—20% białka i 1,0—1,12% alkaliów. Wodna kąpiel koagulacyjna składa się zwykle z kwasu siarkowego i siarczanu amonowego lub siarczanu sodowego z dodatkiem siarczanu cynkowego. Wytwarzane dotychczas włókna białkowe charakteryzują się jednak zbyt niskimi wskaźnikami użytkowymi, zwłaszcza w stanie mokrym, wskutek czego włókna te mają ograniczone zastosowania.

Ze znanych włókien syntetycznych najtańszymi są włókna wytwarzane z polialkoholu winylowego. Wyróżniają się one wysokimi wskaźnikami fizyko-mechanicznymi, lecz włókna te są włóknami typowo bawełnopodobnymi, co w znacznym stopniu ogranicza ich stosowanie do wyrobów odzieżowych, wskutek czego mają zastosowanie przeważnie do celów technicznych.

Znane jest również (patent japoński nr 5314 z roku 1954) wytwarzanie włókna z mieszaniny białka

2
i polialkoholu winylowego. Włókna te wytwarza się w ten sposób, że 14 części białka rozpuszcza się w 100 częściach 40%-owego mocznika, otrzymany roztwór ogrzewa się w ciągu 1 godziny w temperaturze 100°C i pozostawia w temperaturze 30°C na czas 24 godzin. Tak przygotowany roztwór białka łączy się z 14%-owym wodnym roztworem polialkoholu winylowego w ilości 70 części roztworu białka na 30 części roztworu polialkoholu winylowego. Roztwór białka podczas ogrzewania go w temperaturze 100°C silnie pieni się, stwarzając tym kłopoty produkcyjne.

15
20
25
Mocznik, użyty do rozpuszczania białka, podczas procesu przedzenia włókna przechodzi do kąpeli koagulacyjnej, uniemożliwiając tym dłuższe wykorzystywanie tych kąpeli ze względu na wzrost stężenia w nich mocznika, którego wzrastająca zawartość obniża zdolność koagulacyjną tych kąpeli, co pociąga za sobą konieczność częstej wymiany zużytych kąpeli na nowe. Poza tym odzyskiwanie mocznika z zużytych kąpeli jest praktycznie biorąc niemożliwe, a zawartość mocznika w zużytych kąpielach koagulacyjnych uniemożliwia również ich regenerację, co wpływa na zwiększenie kosztów wytwarzania włókna.

30
Włókna wytwarzane tym sposobem zawsze zawierają pewne ilości mocznika, który pozostaje we włóknie po skoagulowaniu roztworu przedzalniczego i obniża jego właściwości mechaniczne i użytkowe. Poza tym obróbkę termiczną według

wymienionego patentu japońskiego prowadzi się w 45%-owym wodnym roztworze siarczanu amonowego w temperaturze 145°C, co wymaga stosowania bardzo kłopotliwego i okresowego procesu w kosztownej aparaturze ciśnieniowej.

Wyżej opisana kłopotliwa metoda wytwarzania włókna z mieszaniny białka i polialkoholu winylowego dotychczas nie znalazła praktycznego zastosowania.

Przewodnią myślą wynalazku jest wytwarzanie włókien wełnopodobnych z mieszaniny białka i polialkoholu winylowego, tak aby przez zastosowanie specjalnego, niżej opisanego procesu technologicznego włókna te z jednej strony miały należytą wytrzymałość mechaniczną i odporność chemiczną, a z drugiej strony były jak najbardziej zbliżone swymi własnościami do wełny naturalnej.

Sposób według wynalazku polega na tym, że osobno przygotowuje się wodny 12—16%-owy roztwór polialkoholu winylowego i osobno alkaliczny 12—16%-owy roztwór białka, zawierający 0,7—1,0% alkaliów, po czym obydwie roztwory miesza ze sobą białko z polialkolem winylowym w stosunku od 1:10 do 1:1, poddaje otrzymaną mieszaninę homogenizacji i wprowadza do kąpieli koagulacyjnej o temperaturze 40—60°C zawierającej 10—60 g/l kwasu siarkowego i 300—400 g/l siarczanu sodowego lub 350—450 g/l siarczanu amonowego.

Polialkohol winylowy powinien mieć cechy włóknotwórcze, a jego, stopień polimeryzacji wynosi 1000—1800. Wodny roztwór polialkoholu winylowego przygotowuje się w ten sposób, że najpierw polialkohol winylowy spęcznia się w wodzie, a następnie rozpuszcza go ogrzewając do temperatury 90—95°C. Jako białko stosuje się według wynalazku białka zarówno pochodzenia zwierzęcego, jak i roślinnego.

Jest rzeczą bardzo istotną mieszanie ze sobą roztworów białka z polialkolem winylowym w czasie możliwie krótkim przed procesem przedzenia z tego względu, że przy staniu, a zwłaszcza przy staniu gotowego roztworu przedzalniczego o dużym stężeniu, następują szkodliwe zmiany, które utrudniają lub wręcz uniemożliwiają prowadzenie dalszego procesu technologicznego. Z tego też względu przed procesem przedzenia włókna, obydwie uprzednio przygotowane roztwory należy poddawać dokładnemu zmieszaniu przez przepuszczenie przez homogenizator, do którego doprowadza się obydwie roztwory w ilościach dawkowanych w sposób ciągły i zależnych od własności włókna, jakie zamierza się im nadać.

Należy tu podkreślić, że bezpośrednie zmieszanie i homogenizowanie roztworów tuż przed przedzeniem eliminuje konieczność stosowania jakichkolwiek bądź środków stabilizujących, ułatwia proces przedzenia oraz wpływa dodatnio na jakość wytwarzanych włókien.

Tak wyprzedzone włókno obrabia się następnie w postaci kabla w kąpielach formujących o temperaturze 30—80°C zawierających 10—20 g/l kwasu siarkowego oraz 300—400 g/l siarczanu sodowego, przy włóknie zawierającym więcej polialkoholu

winyłowego niż białka, a przy włóknie zawierającym mniej polialkoholu winylowego niż białka obrabia się kąpielami formującymi o tej samej temperaturze, zawierającymi 10—20 g/l kwasu siarkowego, 200—300 g/l siarczanu sodowego oraz ewentualnie 80—100 g/l siarczanu glinowego, przy czym włókno formuje się na drodze 50—150 cm przy jednoczesnym jedno- lub kilkakrotnym rozciąganiu go o 250—500 pierwotnej długości.

Tak uformowane włókno płucze się w kąpieli o temperaturze 15—30°C, zawierającej 150—200 g/l siarczanu sodowego, a wypłukane włókno suszy się pod naprężeniem w temperaturze 70—120°C do maksymalnej 4%-owej zawartości wody.

Wysuszone już włókna poddaje się obróbce cieplnej w temperaturze 160—220°C w ciągu 1—10 minut, po czym ewentualnie poddaje mechanicznemu karbikowaniu.

Po obróbce cieplnej kabel włókna tnie się na staple i utrwała w kąpieli formalinowej o temperaturze 40—70°C, zawierającej 5—20% kwasu siarkowego, 10—25% siarczanu sodowego lub amonowego oraz 3—7% aldehydu mrówkowego. Utrwalone już włókno płucze się, preparuje i suszy znanymi metodami.

Włókno wytwarzane sposobem według wynalazku ma wytrzymałość na sucho 1,5—3,0 g/den i na mokro 0,8—1,95 g/den przy wydłużeniu 30—45%, a więc wykazuje znaczny wzrost wytrzymałości w porównaniu z włóknem kazeinowym, a w porównaniu z włóknami wytwarzanymi z samego polialkoholu winylowego wykazują zwiększoną chłonność wilgoci i większe powinowactwo do barwników oraz zdolność spłśniania się, dzięki czemu włókna te są najbardziej zbliżone swymi własnościami do wełny naturalnej i nadają się do zastosowania we wszystkich wyrobach, w których dotychczas stosuje się wełnę.

Przykład I. W mieszalniku zawierającym 3 l wody spęcznia się w czasie 4 godzin 800 g kazeiny, a następnie dodaje wodnego roztworu ługu sodowego o stężeniu 120 g/l w ilości 6,5% ługu 100%-owego licząc na kazeinę i uzupełnia wodą do otrzymania roztworu 15%-owego, a otrzymany roztwór filtruje się i odpowietrza. Jednocześnie sporządza się 15%-owy wodny roztwór polialkoholu winylowego. Sporządzone roztwory doprowadza się do pompek trybowych, dozujących je do homogenizatora w sposób ciągły w ilości 4 części roztworu kazeiny i 6 części roztworu polialkoholu winylowego. Wymieszane roztwory przedzie się w kąpieli koagulacyjnej o temperaturze 43°C zawierającej 380 g/l siarczanu sodowego i około 15 g/l kwasu siarkowego na drodze wynoszącej 100 cm.

Otrzymany kabel włókna rozciąga się o 300% długości pierwotnej w kąpieli formującej zawierającej 15 g/l kwasu siarkowego, 200 g/l siarczanu sodowego i 100 g/l siarczanu glinowego i o temperaturze 60°C, następnie płucze w kąpieli zawierającej 180 g/l siarczanu sodowego, suszy w temperaturze 90°C do 3%-owej zawartości wody pod naprężeniem. Wysuszony kabel włókna poddaje się obróbce cieplnej w temperaturze 200°C w ciągu

1,5 minuty, a następnie poddaje mechanicznemu karbikowaniu. Włókno po pocięciu kabla na staple obrabia się w kąpieli formalinowej zawierającej 10% kwasu siarkowego, 10% siarczanu sodowego, 5% siarczanu glinowego oraz 4% aldehydu mrówkowego. Temperatura kąpieli wynosi 50°C, a czas obróbki 40 minut. Otrzymane włókno jest barwy białej o mocy 2,4 g/den w stanie suchym i 1,6 g/den w stanie mokrym i wydłużeniu 42%.

Przykład II. Sporządza się 14%-owy roztwór kazeiny sposobem opisanym w przykładzie I. Gotowy roztwór kazeiny posiada alkaliczność 0,78%. Równocześnie sporządza się 14%-owy roztwór polialkoholu winylowego. Przygotowane uprzednio roztwory dozuje się pompkami zębatymi do homogenizatora w stosunku 2 części roztworu kazeiny na 8 części roztworu polialkoholu winylowego. Zhomogenizowany roztwór przedzalnicy doprowadza się do pompek przedzających tłoczących roztwór przez filierę do kąpieli koagulacyjnej. Koagulacja następuje w kąpieli o temperaturze 45°C zawierającej 400 g/l siarczanu sodowego i około 10 g/l kwasu siarkowego na drodze o długości 110 cm. Prędkość odbioru włókna równa jest prędkości wypływu roztworu z filierę. Skoagulowane włókno rozciąga się o 350% długości pierwotnej w kąpieli formującej o temperaturze 60°C, zawierającej 380 g/l siarczanu sodowego 15 g/l kwasu siarkowego, a następnie płucze w kąpieli zawierającej 150 g/l siarczanu sodowego i o temperaturze 25°C. Kabel włókna suszy się w temperaturze 95°C pod naprężeniem do 4%-owej zawartości wilgoci, a następnie ogrzewa gorącym powietrzem o temperaturze 210°C w czasie 90 sekund i utrwała w czasie 80 minut w kąpieli formalinowej zawierającej 20% kwasu siarkowego, 21% siarczanu sodowego, 6% aldehydu mrówkowego i o temperaturze 55°C. Otrzymane włókno o grubości 3,5 den ma barwę białą, moc na sucho 2,89 g/den, na mokro 1,9 g/den, wydłużenie 35% i nie elektryzuje się w czasie przerobu włókienicznego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania włókien wełnopodobnych z polialkoholu winylowego modyfikowanego białkiem, **znamienny tym**, że białko rozpuszcza

się w ługu potasowcowym wziętym w takiej ilości, aby alkaliczność roztworu wynosiła 0,7—1,0%, a stężenie białka wynosiło 12—16% wagowych, osobno zaś rozpuszcza się polialkohol winylowy w wodzie wziętej w takiej ilości, aby stężenie roztworu wynosiło 12—16% wagowych, po czym obydwie roztwory białka i polialkoholu winylowego zmieszane w stosunku od 1:10 do 1:1 przedzie się do kąpieli koagulacyjnej o temperaturze 40—60°C, zawierającej 10—60 g/l kwasu siarkowego i 300—400 g/l siarczanu sodowego lub 350—450 g/l siarczanu amonowego, po czym wyprzędzone nici traktuje się kąpielą formującą z jednoczesnym rozciąganiem, płucze, suszy, poddaje obróbce cieplnej i wreszcie utrwała w kąpieli formalinowej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że mieszanie roztworów białka z roztworem polialkoholu winylowego przeprowadza się metodą ciągłej homogenizacji tuż przed procesem przedzenia.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że wyprzędzone włókno traktuje się kąpielą formującą o temperaturze 30—80°C, zawierającą 10—20 g/l kwasu siarkowego i 300—400 g/l siarczanu sodowego przy jedno- lub wielostopniowym rozciągu 250—500 długości pierwotnej.
4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że uformowane i rozciągnięte włókno płucze się w kąpieli zawierającej 150—200 g/l siarczanu sodowego i o temperaturze 15—30°C.
5. Sposób według zastrz. 1—4, **znamienny tym**, że wypłukane już włókno suszy się w stanie naprężonym w temperaturze 70—120°C do maksymalnej zawartości wilgoci wynoszącej 4% wagowych, a następnie poddaje obróbce cieplnej w ciągu 1—10 minut w temperaturze 160—220°C i ewentualnie karbikuje mechanicznie.
6. Sposób według zastrz. 1—5, **znamienny tym**, że po obróbce cieplnej włókno utrwała się w kąpieli formalinowej o temperaturze 40—70°C, zawierającej 5—20% kwasu siarkowego, 10—25% siarczanu sodowego oraz 3—7% aldehydu mrówkowego.