



POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57563

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 02.I.1964 (P 103 377)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.VII.1969

Kl. 12 o, 6

MKP ~~007~~

CD 8 b 9/00



Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Mirosław Kopa, mgr inż. Wacław Sopiela, mgr inż. Tadeusz Leosz, mgr inż. Henryk Lisik

Właściciel patentu: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych, Łódź (Polska)

Sposób przygotowania wiskozy do wytwarzania wysokowytrzymałych włókien ciętych, zbliżonych właściwościami do bawełny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób przygotowania wiskozy służącej do wytwarzania wysokowytrzymałych włókien ciętych o właściwościach zbliżonych do właściwości włókien bawełnianych.

W celu wyeliminowania wad zwykłych ciętych włókien wiskozowych, a przede wszystkim niedostatecznej wytrzymałości na sucho i na mokro, nadmiernego pęcznienia i niedostatecznej trwałości kształtu — stosuje się dotychczas różne sposoby.

W ostatnim okresie szczególnie dwa kierunki wytwarzania uszlachetniania włókien wiskozowych znalazły zastosowanie w przemyśle.

Kierunek pierwszy to otrzymywanie włókien wiskozowych o zwiększonej wytrzymałości na sucho powyżej 3 G/den i o względnej wytrzymałości na mokro powyżej 65% i o znacznie obniżonym pęcznieniu w stosunku do włókien standardowych, które charakteryzują się wysoką orientacją oraz przekrojami poprzecznymi o pogrubionej skórcie lub nawet o przekrojach pełnoskórkowych. Podstawą wytwarzania tych włókien jest użycie wiskozy zawierającej związki chemiczne o działaniu modyfikującym i formowanie włókien w kąpielach przedziałniczych o wysokiej zawartości siarczanu cynku, jak również zwiększenie orientacji włókna przez stosowanie dużych rozciągów taśmy włókna w gorących kąpielach plastyfikacyjnych.

2

Tak wytworzone włókna nie wykazują jednak dostatecznej trwałości kształtu i odporności na ług sodowy, są więc surowcem o ograniczonej przydatności dla włókiennictwa, a w zastosowaniach technicznych nie zawsze wytrzymują konkurencję z włóknami syntetycznymi.

Drugi kierunek wytwarzania uszlachetnionych włókien wiskozowych prowadzi do otrzymywania produktu końcowego o właściwościach zbliżonych do bawełny. Charakterystyczną cechą tych włókien jest znacznie wyższy stopień polimeryzacji zregenerowanej celulozy w stosunku do tradycyjnych włókien wiskozowych. Wiadomo, że podwyższenie stopnia polimeryzacji celulozy w gotowym włóknie wpływa bardzo korzystnie na obniżenie pęcznienia włókna, zwiększenie wytrzymałości w stanie mokrym, jak również na poprawienie współczynnika sprężystości.

Wysoki stopień polimeryzacji celulozy w połączeniu ze specjalnymi warunkami formowania włókna pozwalają ponadto na uzyskanie produktu charakteryzującego się wysokim modułem elastyczności na mokro. Jak z powyższego wynika, wytwarzanie włókien wiskozowych o wysokim stopniu polimeryzacji, z celulozy zregenerowanej, ma na celu upodobnienie tych włókien do włókien kawełny naturalnej i wszystkie sposoby zmierzają w ostatecznym celu do uzyskania produktu, który byłby odporny na odkształcenia oraz

wytrzymywał obróbkę chemiczną stosowaną w przerobieniu bawełny naturalnej.

Wysoki stopień polimeryzacji celulozy we włóknie tekstylnym wymaga oczywiście użycia do produkcji surowca wyjściowego również o wysokim stopniu polimeryzacji i niskiej zawartości frakcji o DP poniżej 200. Jednakże użycie celulozy o wysokim stopniu polimeryzacji nie gwarantuje uzyskania włókna o wymaganych właściwościach, a daje tylko podstawę i stwarza możliwość technologicznego ukształtowania pożądanej struktury włókna.

Nie tylko sposób przyrządzania wiskozy z celulozy o wysokim stopniu polimeryzacji, ale przede wszystkim odpowiednio dobrane warunki formowania włókna decydują o właściwościach włókna.

Liczne opisy patentowe, głównie japońskie, podają sposoby wytwarzania włókien o wysokim stopniu polimeryzacji. Tak na przykład opis japoński nr 2.592.355 z roku 1952 zaleca dla wytworzenia włókien o wysokim stopniu polimeryzacji używanie celulozy o początkowym DP powyżej 800 i o niskiej zawartości frakcji poniżej 200. Zgodnie z tym rozwiązaniem alkalizację celulozy należy prowadzić w ługu sodowym o stężeniu od 13% do 17%, zmieniających się w stosunku odwrotnym do DP celulozy, określonej granicami od 800 do 1400.

Również stopień odprasowania celulozy uzależniony jest od DP celulozy i wynosi 2,8—2,4. W celu zmniejszenia degradacji celulozy podczas operacji technologicznych poleca się również szarpanie alkaliceleulozy oraz siarczowanie niedojrzałej alkaliceleulozy w atmosferze gazu obojętnego, np. azotu.

Dotychczas znane sposoby wytwarzania ciętych włókien wiskozowych o wysokim stopniu polimeryzacji jakkolwiek stanowią niewątpliwą postać i pozwalają na wytworzenie włókien o znacznie poprawionych parametrach fizyko-chemicznych, nie gwarantują jednak jeszcze otrzymania produktu, który tak z punktu widzenia możliwości przerobowych, jak również wartości użytkowych, stanowiłby pełny odpowiednik bawełny naturalnej.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu przygotowania wiskozy do wytworzenia wysokowytrzymałych włókien ciętych, zbliżonych właściwościami do bawełny. Charakterystyczne cechy takiego włókna określają poniższe parametry.

Wytrzymałość na sucho od 3,2 do 4,8 G/den

Względna wytrzymałość na mokro — powyżej 70%

Wydłużenie na sucho od 8 do 16%

Moduł elastyczności na mokro }
w G/den przy wydłużeniu 5% } od 0,65 do 1,3

Wytrzymałość względna w pętli od 12 do 40%

Dla wytworzenia włókna o powyższych właściwościach w sposobie według wynalazku używa się celulozy o stopniu polimeryzacji od 600 do 1200, przy czym proces przygotowania wiskozy prowadzi się w dwu odmianach.

W odmianie pierwszej wiskożę otrzymuje się z całkowitym pominięciem procesu alkalizacji celulozy. Pcszarpaną celulozę o stopniu polimeryzacji od 600 do 1200 wprowadza się do gniotownika i poddaje bezpośrednio działaniu mieszaniny dwusiarczku węgla i ługu sodowego. Ilość użytego dwusiarczku węgla w stosunku do alfacelulozy wynosi 50—65% wagowych w zależności od charakterystyki użytej celulozy oraz od temperatury siarczowania. Ilość ługu sodowego w stosunku do alfacelulozy wynosi 50—90% wag. w zależności od warunków formowania włókna, a szczególnie od stężenia kwasu siarkowego w kąpeli koagulacyjnej, temperatury i szybkości przedzenia włókna. Tak otrzymaną wiskożę odfiltrowuje się wstępnie w celu usunięcia nieprzereagowanych cząstek celulozy, poddaje procesowi homogenizacji, odpowietrza i przeprowadza właściwą filtrację. Liczba gamma uzyskanej wiskozy jest nie niższa niż 55, a lepkość jej waha się w granicach 120—400 sek.

Dla ułatwienia koagulacji żelu w mało agresywnych kąpielach przedziałniczych, do wiskozy dodaje się do 10% wagowych tiosiarczanu sodowego. Następnie tak przygotowaną wiskożę formuje się w kąpeli koagulacyjnej zawierającej od 55 g/l kwasu siarkowego, do 80 g/l siarczanu sodowego i do 0,5 g/l siarczanu cynkowego w temperaturze nie przekraczającej 35°C.

Formowanie włókien prowadzi się z jedno lub wielostopniowym rozciąganiem. Uformowany w kąpeli koagulacyjnej żel poddaje się rozciągowi, na przykład częściowo w kąpeli koagulacyjnej, częściowo w powietrzu, lub tylko w powietrzu, albo w powietrzu i drugiej kąpeli rozciągającej. Całkowita wielkość rozciągu w zależności od parametrów wiskozy kąpeli przedziałniczej oraz pożądanych właściwości włókna wynosi najkorzystniej 100—250%.

Pominięcie w sposobie według wynalazku procesu alkalizacji celulozy pozwala na użycie jako surowca wyjściowego celulozy o znacznie niższym stopniu polimeryzacji, jak na przykład 600, dla uzyskania włókna o właściwościach charakterystycznych dla celulozy wyjściowej o znacznie wyższym stopniu polimeryzacji, na przykład 800, ponieważ unika się jej degradacji. Ponadto unika się szeregu skomplikowanych czynności zmierzających do zabezpieczenia celulozy przed degradacją, jak na przykład szarpania alkaliceleulozy w atmosferze azotu.

Pominięcie procesu alkalizacji i dojrzewanie alkaliceleulozy stwarza ekonomiczną podstawę tańszej produkcji wysokoszlachetnego włókna, zbliżonego właściwościami do bawełny.

W odmianie drugiej sposobu według wynalazku celulozę o stopniu polimeryzacji powyżej 750 poddaje się procesowi alkalizacji, przy czym proces ten prowadzi się za pomocą ługu sodowego o niskim stężeniu wynoszącym 9,5—13%, a następnie działa na alkaliceleulozę dwusiarczkiem węgla z pominięciem procesu dojrzewania alkaliceleulozy. Dalej proces prowadzi się znanymi sposobami z uwzględnieniem dodatku do wiskozy tiosiarczanu sodowego w ilości do 10% wagowych, podobnie jak w odmianie pierwszej.

Wiskoza otrzymana tym sposobem, nadaje się szczególnie do wytwarzania włókien o specjalnie wysokich wskaźnikach fizyko-mechanicznych.

Sposób według wynalazku wyjaśniają bliżej przykłady:

Przykład I. Celulozę o DP = 700 i zawartości alfacelulozy 97,25% rozdrabnia się w młynie lub szarpaczu i następnie bez alkalizowania i dojrzewania wprowadza do gniotownika. Siarczko-

Otrzymuje się wiskozę o składzie:

alfaceluloza	4,8—5,0%
NaOH	4,2—4,3%
lepkość	280 sek.
liczba gamma	62

Zawartość tiosiarczanu sodowego 5%, z której przedzie się włókna znanymi metodami.

Przykład II. Celulozę o DP = 970 i zawartości alfacelulozy = 95% poddaje się alkalizacji w ługu sodowym o stężeniu 10,5%. Otrzymaną alkalicelulozę o stopniu odprasowania powyżej 34% wprowadza się do gniotownika bez dojrzewania i dozuje się ług sodowy o stężeniu 260 g/l w całkowitej ilości ustalonej składem wiskozy. Następnie siarczkuje się w temperaturze 19°C dwusiarczkiem węgla w ilości 60% w stosunku do alfacelulozy, powszechnie stosowanym sposobem. Czas przyrządzania wiskozy 5 godzin.

Otrzymuje się wiskozę o składzie:

alfaceluloza	5,5%
NaOH	5,0%

lepkość	280 sek.
liczba gamma	65

z której przedzie się włókna znanymi metodami.

Przykład III. Celulozę o DP = 1100 alkali-
zuje się 10%-owym ługiem sodowym i po odprasowa-
waniu siarczkuje jak w przykładzie I w tempera-
turze 22°C. Czas przyrządzania wiskozy 5 godzin.

Otrzymuje się wiskozę o składzie:

alfaceluloza	4,0%
NaOH	3,8%
lepkość	320 sek.
liczba gamma	60

z której przedzie się włókna znanymi metodami.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób przygotowania wiskozy do wytwarza-
nia wysokowytrzymałych włókien ciętych, zbli-
żonych właściwościami do bawełny, **znamienny**
tym, że celulozę o stopniu polimeryzacji 600—
— 1200 poddaje się bezpośrednio działaniu mie-
szaniny dwusiarczku węgla w ilości 50—65%
wagowych i ługu sodowego w ilości 50—90%
wagowych w stosunku do alfacelulozy, po czym
uzyskaną wiskozę o liczbie gamma co najmniej
55 i lepkości 120—400 sek. poddaje się procesowi
homogenizacji, odpowietrzenia i filtracji.
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna**
tym, że celulozę o stopniu polimeryzacji po-
wyżej 750 poddaje się procesowi alkalizacji za
pomocą ługu sodowego o stężeniu 9,5—13%,
a następnie działa na otrzymaną alkalicelulozę
dwusiarczkiem węgla z pominięciem procesu
dojrzewania alkalicelulozy.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**,
że do wiskozy dodaje się tiosiarczanu sodowego
w ilości do 10% wagowych.