



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 41229

Kl. 29 b, 3/65

VEB Filmfabrik AGFA Wolfen

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania nitki z roztworów wysokowiskozowych, w szczególności z roztworów poliakrylonitrylu

Patent dodatkowy do patentu nr 41228

Patent trwa od dnia 3 maja 1956 r.

Wynalazek dotyczy dalszego ulepszenia sposobu według patentu nr 41228. Przedmiotem patentu nr 41228 jest sposób wytwarzania nitki z roztworów wysokowiskozowych, zwłaszcza z roztworów poliakrylonitrylu, który polega na tym, że przechowywane w temperaturze pokojowej roztwory ogrzewa się intensywnie w ciągu krótkiego okresu czasu wewnątrz czynnych pomp przednich do temperatury 100—200°C, a następnie przędzie z nich na sucho lub na mokro nitki. Sposób według patentu głównego pozwala więc na przeprowadzenie w warunkach jak najbardziej sprzyjających obniżenia lepkości roztworów ulegających łatwo zabarwieniu pod wpływem ciepła i to w takim stopniu i tak szybko, że roztwory mogą być przędzone bez trudności i bez obawy zabarwienia.

Stwierdzono, że sposób według patentu głównego wywołuje inny nieoczekiwany efekt gdy stosuje się go do przędzenia wysokowiskozowych

roztworów, zwłaszcza roztworów poliakrylonitrylu lub polimerów mieszanych, zawierających co najmniej 85% poliakrylonitrylu, w wodnych kąpielach strącających zawierających 5—60% rozpuszczalników dla tych produktów.

Jak wiadomo, np. z patentu Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2467553 przy stosowaniu czystej wody jako kąpeli strącającej dla takich roztworów można otrzymywać nitki z licznymi mniej lub więcej dużymi pustymi przestrzeniami, tak iż wskutek kruchości spowodowanej przez puste przestrzenie, nitki takie nie można poddać procesowi rozciągania w celu zorientowania cząstek. Poza tym jest wiadomo na przykład z patentu szwajcarskiego nr 289952, że można otrzymywać z poliakrylonitrylu lub jego polimerów mieszanych pozbawione pustych przestrzeni nitki, gdy do wody doda się odpowiednie rozpuszczalniki w stężeniu około 60—70%. Im zawartość rozpuszczalnika w kąpeli strącającej

jest niższa od 60% tym większa jest liczba i objętość pustych przestrzeni w nitkach. Ta skłonność do wytwarzania pustych przestrzeni jest wyraźnie zależna nie tylko od stężenia rozpuszczalników w kąpeli strącającej, lecz również od ilości tłoczonej cieczy. Np. przy tłoczeniu roztworu przedniego w ilości około 150–250 cm³/min nawet przy użyciu kąpeli strącającej o wysokim stężeniu rozpuszczalników otrzymuje się nitki z pustymi przestrzeniami.

Stwierdzono, że z roztworów poliakrylonitrylu lub roztworów polimerów mieszanych zawierających co najmniej 85% poliakrylonitrylu, których lepkość została obniżona w pompach przednich ogrzanych do temperatury około 100–200°C można wytwarzać nitki pozbawione pustych przestrzeni, gdy przedzie się je do kąpeli strącającej zawierającej poniżej 60% rozpuszczalnika, nawet przy stosowaniu bardzo dużych wydatków roztworu przedniego. Nawet w tym przypadku gdy zawartość rozpuszczalnika w kąpeli strącającej wynosi 5% a najkorzystniej 10–30% uzyskuje się nitki pozbawione pustych przestrzeni.

Przyczynę powstawania pustych przestrzeni w nitkach zarówno przy niskim stężeniu rozpuszczalnika w kąpeli strącającej i małym wydatku roztworu przedniego, jak również przy dużym wydatku roztworu przedniego i dużym stężeniu rozpuszczalnika należy oczywiście przypisać temu, że roztwory na skutek nienormalnie dużej lepkości nie przechodzą w sposób dostatecznie ciągły przez koła zębate pompy przedniej, wskutek czego strumień roztworu zostaje po prostu przzerwany na współdziałających kołach zębatych. Przyczyna nie występowania pustych przestrzeni w przypadku dużych stężeń rozpuszczalnika w kąpielach strącających przy małych wydatkach leży prawdopodobnie w tym, że bardzo powolne wytrącanie nitek spowodowane dużą zawartością rozpuszczalnika w kąpeli strącającej pozwala na zlepianie się albo zasklepianie roztworu rozdzielonego przez koła zębate.

Dzięki temu, że roztwory wysokowiskozowe są według patentu głównego ogrzewane w wąskich kanałach pomp przednich w stopniu bardzo znacznym i bez wywołania zmian, to znaczy, że lepkość ich zostaje bardzo silnie obniżona, można, stosując nawet duże wydatki roztworu, nie doprowadzić wcale do przzerwania roztworu przedniego w pompach przednich. Gdy jednak w pompach nie ma już żadnych przerw w stru-

mieniu roztworu i tym samym nie mogą powstać żadne puste przestrzenie, to nie jest już konieczne stosowanie nadmiernie dużej zawartości rozpuszczalnika w kąpeli strącającej. Wystarczy wówczas nawet stężenie około 5–60% a najkorzystniej 10–30% rozpuszczalnika w kąpeli strącającej, aby otrzymać nitki, które nie wykazują żadnych pustych przestrzeni i wskutek tego mogą być w zwykły sposób łatwo wyciągane w wodzie gorącej lub w zimnej, wypłukane i ewentualnie wysuszone na podgrzanych płytach lub pomiędzy płytami, oraz rozciągnięte do długości wielokrotnie większej niż długość pierwotna.

Sposób według wynalazku umożliwia dzięki małej zawartości rozpuszczalnika w kąpeli strącającej otrzymywanie nitek, które posiadają pożądaną wykład matowy, tak iż staje się zbędne w większości przypadków dodatkowe stosowanie środków nadających nitkom matowość.

Sposób według wynalazku jest objaśniony bliżej na poniższych przykładach, w których zamiast poliakrylonitrylu mogą być stosowane jego polimery mieszane zawierające mniej niż 15% octanu winylu, chlorooctanu winylu, winylopirydyny, estru metylowego kwasu akrylowego, akryloamidu itd. a zamiast dwumetyloformamidu mogą być stosowane inne rozpuszczalniki, jak dwumetyloacetamid lub cykliczny czterometylenosulfon.

P r z y k ł a d I. 15%-owy roztwór poliakrylonitrylu w dwumetyloformamidzie (o wartości $K = 100-120$) przetłacza się przy wydatku 200 cm³/min przez dyszę 3200/0,15 mm za pomocą pomp zębatych o objętości 6 cm³, ogrzewanych gorącym powietrzem lub elektrycznie do temperatury 150°C, przy czym nitki wchodzi do kąpeli strącającej, która zawiera 80% wody i 20% dwumetyloformamidu utrzymywanej w temperaturze około 20°C. Nitki wyciąga się z dyszy przez kąpiel strącającą z prędkością około 3–6 m/min, przy czym droga, którą przebywają one w kąpeli strącającej wynosi 2 m. Otrzymane nitki są wolne od pustych przestrzeni i mogą być z łatwością obrobione później w zwykły sposób. Mają one jasny matowy wygląd oraz wytrzymałość około 4,5–5 g/denier przy rozciąganiu około 12–18%.

P r z y k ł a d II. 18%-owy roztwór akrylonitrylu w dwumetyloformamidzie o zawartości około 2% akryloamidu (o wartości $K =$ około 120) przetłacza się przez dyszę 40/0,1 mm przy wydatku 5,8 m³/min za pomocą pomp zębatych, ogrzanych do 130°C i wypuszcza się z prędko-

cią 4 m/min do kąpieli strącającej, która zawiera 90% wody i 10% dwumetyloformamidu. Po przejściu przez kąpiel strącającą o długości około 40 cm nitki pozbawione są pustych przestrzeni i mogą być z łatwością płukane i wyciągane zwykłymi sposobami. Otrzymane nitki są matowe, jasne i posiadają wytrzymałość około 4,8 g/denier, przy czym można je rozciągać o około 25—30% przy obróbce cieplnej w temperaturze około 120—150°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nitek z roztworów wysokowiskozowych, w szczególności z roztworów poliakrylonitrylu według patentu nr 41228, znamienny tym, że roztwory polia-

krylonitrylu lub roztwory jego polimeru mieszanego o lepkości obniżonej wewnątrz pomp przednich ogrzanych do 100—200°C, wypuszcza się do wodnych kąpieli strącających, które zawierają odpowiednie dla tych produktów rozpuszczalniki w ilości 5—60%.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wodne kąpiele strącające zawierają około 10—30% dwumetyloformamidu.
3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako roztwory do przedzenia stosuje się roztwory polimerów mieszanych o zawartości co najmniej 85% poliakrylonitrylu.

VEB Filmfabrik AGFA Wolfen

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych