

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

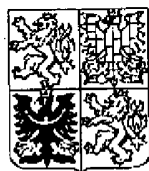
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1614-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **08. 10. 96**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **13.10.95**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **95/1703**

(33) Země priority: **AT**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17. 06. 98**
(Věstník č. 6/98)

(86) PCT číslo: **PCT/AT96/00188**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 97/14829**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

D 02 J 1/06
D 01 F 2/00

(71) Přihlášovatel:

LENZING AKTIENGESELLSCHAFT, Lenzing,
AT;

(72) Původce:

Eibl Markus, Voecklabruck, AT;
Eichinger Dieter, Voecklabruck, AT;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1273,
Praha 4, 14021;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob výroby celulózových vláken

(57) Anotace:

Je popsán způsob celulózových vláken, který se vyznačuje následujícími kroky: /A/ rozpouštění materiálu, obsahujícího celulózu, ve vodném terciárním aminoxidu, aby se získal zvláknovateiný celulózový roztok; /B/ zvláknování celulózového roztoku a jeho vedení vodní srážecí lázni, přičemž se získají vodu obsahující nabobtnané filamenty; /C/ mačkání vodu obsahující nabobtnaných filamentů na nejrůznějších místech, takže na milimetr délky filamentů jsou průměrně k dispozici alespoň dvě zmačknutá místa, a /D/ sušení zmačkaných filamentů na celulózová vlákna, přičemž mačkání se uskutečňuje pod tlakem, který postačí k tomu, aby zmačknutá místa vytvořená na filamentu zůstala zachována i u sušeného vlákna, a aby byla při pozorování pod lineárně polarizovatelným světlem viditelná jako barevné změny.

CZ 1614-97 A3

Způsob výroby celulósových vláken

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby celulósových vláken, jakož i samotných celulósových vláken, zejména celulósových střížových vláken.

Dosavadní stav techniky

Již několik desetiletí se hledají způsoby výroby celulósových tvarových těles, které mají nahradit dnes ve velkém měřítku používané viskósově způsoby. Jako alternativa zajímavá nikoliv jen kvůli lepší snášenlivosti pro okolní prostředí vykrytalizoval přitom způsob rozpouštění celulózy bez derivatizace v organickém rozpouštědle, a extruze tvarových těles, kupříkladu vláken, fólií a membrán, z tohoto roztoku. Takto extrudovaná vlákna obdržela od BISFA (The International Bureau for the Standardization of man made fibers) druhové pojmenování lyocell. Pod organickým rozpouštědlem označuje BISFA směs z organické chemikálie a vody.

Ukázalo se, že jako organické rozpouštědlo se k výrobě celulósových tvarových těles zejména dobře hodí směs z terciárního aminoxidu a vody. Jako aminoxidu se přitom v první řadě používá N-metylmorfolin-N-oxidu (NMMO). Jiné aminoxidy jsou kupříkladu popsány ve spise EP-A - 0 553 070. Způsob výroby tvárných roztoků celulózy je kupříkladu znám ze spisu EP-A - 0 356 419. Výroba celulósových

26 1A 20

01500

6 9 2 2 4 0

1.2

tvárových těles za použití terciárního aminoxidu je všeobecně označována jako aminoxidový způsob.

Ve spisu US-A - 4,246,221 je popsán aminoxidový způsob výroby celulózových roztoků, které jsou v tvarovém nástroji, kupříkladu zvlákňovací trysce, zvlákňovány na filamenty, a následně jsou vedeny srážecí lázní, ve které se celulóza sráží, a získávají se vodu obsahující, nabobtnané filamenty. Tyto filamenty mohou být zpracovávány tradičním způsobem, tedy praním a dalším zpracováním, na celulózová vlákna a střížová vlákna.

Je známo, že celulózová vlákna vyrobená z aminoxidových roztoků suchým/mokrým zvlákňovacím způsobem mají na rozdíl od přírodních zkadeřených celulózových vláken, jako je bavlna, neměnný kulatý průřez. Kulatý průřez a relativně hladký povrch mohou při dalším zpracování na příze a plošné útvary vést k problémům, jak je to kupříkladu popsáno ve spisu EP-A - 0 574 870. Těmito problémy jsou podle tohoto zveřejnění patentu nedostatečná přilnavost vláken při zvlákňování vláken na přízi, nepostačující konec vláken u filamentových přízí a příliš malá posuvná pevnost plošných útvarů z těchto vláknových a filamentových přízí. K řešení těchto problémů se v tomto zveřejnění patentu navrhuje extrudovat aminoxidový roztok skrz zvlákňovací otvory, jejichž průřez není kulatý, nýbrž profilovaný, kupříkladu ve tvaru písmene Y. Tímto způsobem je lyocellovým vláknům dáván průřez ve tvaru písmene Y.

V Chemical Fibers International (CFI) svazek 45, únor 1995, strany 27 a 30, je ukázán mikroskopický obrázek čtyř celulózových vláken, které byly všechny vyrobeny podle aminoxidového způsobu. Je pozoruhodné, že tato vlákna

nejdou, navzdory skutečnosti, že byla všechna vyrobena podle aminoxidového způsobu, identická. Rozdíly mezi čtyřmi vlákny jsou dokonce poznatelné pod mikroskopem. V uvedené literatuře není udáno, jakým způsobem může odborník odlišná celulózová vlákna vyrobit, jinými slovy, odborníkovi se nesdělují, jakým způsobem může dát jednotlivým vláknům jejich různé vzezření.

V Textilia Europe 6/94, strana 6 a dále, je rovněž popsáno celulózové vlákno, které bylo vyrobeno podle aminoxidového způsobu, přičemž odborníkovi nejsou opět sdělovány žádné podrobnosti o výrobě. Mezi jiným lze z této literatury seznát, že celulózové vlákno, jehož výroba není udávána, vykazuje permanentní zkadeření, přičemž se však blíže neuvádí, co je pod tím třeba rozumět, a jakým způsobem může vlákno zkadeření získat.

Vlákna, která vykazují zkadeření, jsou z různých důvodů pro zpracování vláken, zejména střížových vláken, výhodná. Tak se kupříkladu mykání vláken daří lépe, protože k tomu účelu je jisté přilnutí vláken k sobě nutné, aby mohl být pramen z mykacího stroje vůbec vyroben. Zkadeřené vlákno má vyšší přilnavost pramene než vlákno nezkadeřené, čímž se zvyšuje rychlost mykání.

Ve stavu techniky jsou známy tak zvané kadeřovací způsoby, kterými může být do vláken zaváděno zkadeření. Tímto způsobem vytvořené zkadeření se však většinou již po mykání, nejpozději však po zvlákňování přize, ztratí, a v textilní tkanině se již nenachází. Zkadeřením by textilní tkanina získala voluminózní, měkký omak.

Ze spisu WO 94/28220 a WO 94/27903 je znám způsob, kterým může být do lyocellových vláken zavedeno zkadeření

mechanickým způsobem. Podle tohoto způsobu jsou čerstvě vyrobené filamenty ve tvaru lana vedeny nejprve řadou vodních lázní, aby se odstranilo rozpouštědlo. Potom se lano suší přibližně při teplotě 165 °C, a v suchém stavu se nacípává do trubkovitého zařízení, ve kterém se filamentové lano zmačká, a tímto způsobem se vytvoří druh zkadeření. Doplňkově je zkadeřené vlákno zpracováváno horkou suchou párou, a potom nastříháno na střížová vlákna. Tato vlákna mají tu nevýhodu, že jsou vyrobitelná jen s velkými náklady, protože pro zkadeření je požadováno vlastní zařízení, a že zkadeření je vyvoláváno mačkáním vláken. Mimoto se ukázalo, že zkadeření zaváděné podle tohoto dříve známého způsobu mechanickým způsobem, se po několika dalších zpracovatelských krocích u vlákna opět ztrácí.

Vynález si stanovil úkol dát k dispozici způsob výroby nového lyocellového vlákna, které může být zpracováváno na příze a tkaniny snadněji než tradiční lyocellové vlákno. Nové vlákno nemá být vyráběno mechanickým kadeřením podle spisu WO 94/28220 nebo WO 94/27903. Vlákno nemá být také vyráběno zvlákňovacími tryskami, jejichž zvlákňovací otvory mají nekulatý tvar průřezu. Podle vynálezu vyrobené lyocellové vlákno má být spíše vyráběno tradičními zvlákňovacími tryskami, jejichž zvlákňovací otvory mají kulatý průřez.

Podstata vynálezu

Způsob výroby podle vynálezu jednoho z celulóзовých vláken se vyznačuje následujícími kroky:

- (A) rozpouštění materiálu, obsahujícího celulózu, ve vodném terciárním aminoxidu, aby se získal zvláknovatelný celulózový roztok;
- (B) zvláknování celulózového roztoku a jeho vedení vodní srážecí lázní, přičemž se získají vodu obsahující nabobtnané filamenty;
- (C) mačkání vodu obsahujících nabobtnaných filamentů na nejružnějších místech, takže na milimetr délky filamentů jsou průměrně k dispozici alespoň dvě zmačknutá místa, a
- (D) sušení zmačkaných filamentů na celulózová vlákna,
- přičemž mačkání se uskutečňuje silou, která postačí k tomu, aby zmačknutá místa vytvořená na filamentu zůstala zachována i u usušeného vlákna, a aby byla při pozorování pod lineárně polarizovaným světlem viditelná jako barevné změny.

Pod výrazem "zmačknutá místa" je třeba pro účely daného popisu a patentových nároků rozumět také přerušení, zkrouceniny a jiné změny tvaru průřezu filamentů a vláken.

Vynález spočívá na poznatku, že podle aminoxidového způsobu vyrobený filament může být v nabobtnaném stavu měněn ve svém tvaru průřezu mačkáním, a že toto zmačkání zůstává po usušení zachováno, jestliže se mačká dostatečně velkou silou. Tímto způsobem mohou být vyráběna celulózová vlákna, jejichž tvar průřezu není na zmačknutých místech kulatý, nýbrž je vytvarován kupříkladu oválně. Zmačknutá místa jsou pod mikroskopem poznatelná také jako záhyby, rozšíření nebo přerušení.

Velikost síly, jež je potřeba při mačkání, závisí přirozeně na více faktorech, jako kupříkladu na titru vlákna, stupni nabobtnání a rozsahu požadovaných změn průřezu. Vynálezci daného vynálezu zjistili, že síla

požadovaná k dosažení žádoucí změny průřezu může být jednoduchým způsobem určována předchozími pokusy.

Mačkání vlákna může být dosahováno tak, že nabobtnané filamenty jsou vedeny odpovídajícím tvarovacím nástrojem, kupříkladu deskovým lisem, přičemž povrch deskového lisu je strukturován vyvýšeninami a prohloubeninami, aby byly nabobtnané filamenty v podélném směru vystaveny různě velkému tlaku, a aby tímto způsobem byly filamenty vytvarovány různě silně.

Nabobtnané filamenty mohou být také mačkány tak, že jsou vedeny přes válec, a s protiválcem, jehož povrch je příslušně strukturován, se za účelem mačkání vykonává na filamenty určitá síla.

Dále je možné nabobtnané filamenty splétat na lano, které sestává z tisíců filamentů, v podélném směru stáčet, a v tomto stavu vést párem válců, který za účelem mačkání vykonává určitou sílu.

Mačkání se zejména provádí tak, že na milimetr délky filamentů jsou k dispozici alespoň tři, zejména však alespoň šest zmačknutých míst.

Ukázalo se, že podle vynálezu vyrobená vlákna mohou být mykána snadněji, protože zmačknutá místa dávají zřejmě vláknům jistou přilnavost vůči sobě, takže pramen z mykacího stroje může být snadněji vyroben. Vlákna vyrobená podle vynálezu mají vyšší přilnavost pramene než tradiční lyocellová vlákna s průběžně kulatým průřezem. To umožňuje zvýšit rychlost mykání.

Výhodný tvar provedení způsobu podle vynálezu se vyznačuje tím, že vodu obsahující nabobtnané filamenty, získané výše v kroku (B), jsou před slisováním nastříhány.

Další výhodný tvar provedení způsobu podle vynálezu se vyznačuje tím, že z nastříhaných, vodu obsahujících nabobtnaných filamentů se před mačkáním vytváří rouno, ve kterém jsou nastříhané filamenty statisticky orientovány, a že rouno je lisováno. Ukázalo se, že v tomto případě nepotřebuje být lisovací plocha strukturovaná, protože různě vysokého tlaku potřebného k navzorování nepravidelného povrchu se dosahuje tak, že vlákna v důsledku své statistické orientace leží nad sebou, čímž při lisování je na oněch místech, kde leží vlákna nad sebou, přirozeně vykonáván vyšší tlak, než na jiných místech. To vede k odlišnému tvarování průřezu.

Lisování může být u tohoto tvaru provedení způsobu podle vynálezu prováděno v rámci obvyklého lisování prací vody, známého z viskóзовého způsobu, z rouna ze střížového vlákna. Toto odvodňování se obvykle provádí s jedním nebo více páry válců, kterými je rouno ze střížového vlákna vedeno na síťovém pásu. Rozhodující je však to, že je párem nebo páry válců vykonáván dostatečně vysoký tlak na rouno, který nejenže snižuje obsah vody, nýbrž i dostatečně mění tvar průřezu nastříhaných, nabobtnaných filamentů.

Vynález se také týká celulóзовého vlákna, zejména celulóзовého střížového vlákna, které může být vyráběno způsobem podle vynálezu. Vláknو podle vynálezu se vyznačuje tím, že vyvolaná změna průřezu vlákna zůstává zachována, to znamená, že po mykání nebo po zhotovení příze nezmizí. To usnadňuje další zpracování lyocellových vláken podle vynálezu.

Dále se překvapivě ukázalo, že pevnost vláken vyrobených podle aminoxidového způsobu a jejich roztažnost

nejsou změnou průřezu ovlivňovány.

Vynález zahrnuje dále příze, tkaniny, netkaný textil, úplety a pleteniny, které se vyznačují tím, že obsahují vlákna podle vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Vynález je dále blíže vysvětlen pomocí následujícího příkladu.

Příklad 1.

Nejdříve byl vyroben zvlákňovací roztok celulózy ve vodě obsahujícím NMMD, přičemž byl použit způsob popsáný ve spisu EP-A - 0 356 419.

Tento zvlákňovací roztok byl zvlákňován na filamenty způsobem popsáným ve spisu WO 93/19230, přičemž byla použita tryska s kruhovými zvlákňovacími otvory. Filamenty byly po protažení ve vzduchové mezeře zavedeny do vodní srážecí lázně, ve které celulóza koagulovala. Vzniklé vodě obsahující filamenty, které byly k dispozici v nabobtnaném stavu a byly hydroplastické, se nastříhaly na délku stříže 4 cm.

Nastříhané filamenty byly v míchacím zařízení naplaveny do vody, a ve vodě rozvířené nastříhané filamenty byly nanášeny na síťový pás, na kterém se z nastříhaných vláken tvořilo rouno, přičemž vlákna byla orientována do všech směrů.

Síťový pás byl veden párem válců, přičemž byl vykonáván během doby přibližně 0,1 sekundy na rouno tlak přibližně

10⁶ Pa. Následně se rouno propralo a vedlo ještě dalším párem válců, kterým byl na rouno znovu vykonáván tlak přibližně 10⁶ Pa. Potom byla získaná střížová vlákna sušena.

Vyšetření vláken podle vynálezu pod polarizačním mikroskopem (zvětšení 400x) ukázalo, že na milimetr délky vlákna bylo k dispozici v průměru 7 zmačknutých míst, na kterých byla poznatelná změna barvy polarizovaného světla. Na zmačknutých místech měla vlákna průřez, který nebyl kruhový, nýbrž byl více nebo méně vytvarován nepravidelně. Změnu barvy prosvítajícího světla je třeba vztáhnout na různou tloušťku vláken na příslušných zmačknutých místech.

Ze získaných vláken byly vyrobeny příze a podle DIN 53834, část 1, byly změřeny délky přilnutí pramenů. Vlákna vyrobená podle vynálezu ukazovala při srovnání větší délku přilnutí než vlákna s v podstatě kruhovým průřezem, vyrobená nikoliv podle vynálezu.

Zastupuje:

P A T E N T O V É N Á R O K Y

0 7 VI 97

005100

0 4 2 7 6 9

0. j 42764

1. Způsob výroby celulózových vláken, který se vyznačuje následujícími kroky:

(A) rozpouštění materiálu, obsahujícího celulózu, ve vodném terciárním aminoxidu, aby se získal zvlákňovatelný celulózový roztok;

(B) zvlákňování celulózového roztoku a jeho vedení vodní srážecí lázní, přičemž se získají vodu obsahující nabobtnané filamenty;

(C) mačkání vodu obsahujících nabobtnaných filamentů na nejrůznějších místech, takže na milimetr délky filamentů jsou průměrně k dispozici alespoň dvě zmačknutá místa, a

(D) sušení zmačkaných filamentů na celulózová vlákna, přičemž mačkání se uskutečňuje pod tlakem, který postačí k tomu, aby zmačknutá místa vytvořená na filamentu zůstala zachována i u usušeného vlákna, a aby byla při pozorování pod lineárně polarizovaným světlem viditelná jako barevné změny.

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mačkání se provádí tak, že na milimetr délky filamentů jsou průměrně k dispozici alespoň tři zmačknutá místa.

3. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mačkání se provádí tak, že na milimetr délky filamentů je průměrně k dispozici alespoň šest zmačknutých míst.

4. Způsob výroby celulózových vláken podle některého z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vodu obsahující nabobtnané filamenty získané v kroku (B) jsou před mačkáním nastříhány.
5. Způsob výroby celulózových vláken podle nároku 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se z nastříhaných, vodu obsahujících nabobtnaných filamentů před mačkáním vytváří rouno, ve kterém jsou nastříhané filamenty statisticky orientovány, a že rouno se lisuje.
6. Celulózové vlákno, které lze získat způsobem podle některého z nároků 1 až 3.
7. Celulózové střížové vlákno, které lze získat podle některého z nároků 4 nebo 5.
8. Příze, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje celulózová vlákna podle některého z nároků 6 a 7.
9. Tkanina, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje celulózová vlákna podle některého z nároků 6 a 7.
10. Netkaný textil, úplety a pleteniny, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahují celulózová vlákna podle některého z nároků 6 a 7.

Zastupuje: