

Opublikowano dnia 30 lipca 1955 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37775

Kl. 42 1, 7/02

Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych*)

Gorzów Wlkp. Polska

Sposób oznaczania zdolności koagulacyjnej roztworów przedziałniczych oraz aparat do przeprowadzania tego sposobu

Udzielono patentu z mocą od dnia 20 maja 1954 r.

Koagulacja jest jednym z najbardziej istotnych czynników w procesie wytwarzania włókien sztucznych i syntetycznych metodą „mokrą”, polegającą na wytłaczaniu roztworu do kąpeli koagulacyjnej.

Szybkość koagulacji uwarunkowana jest szeregiem czynników, jak wzajemna rozpuszczalność składników roztworu i kąpeli, współczynniki dyfuzji, temperatura itd.

Badania zdolności koagulacyjnej (średniej szybkości koagulacji) roztworów przedziałniczych pozwalają na opracowanie bardziej racjonalnego procesu technologicznego przedzenia. W chwili obecnej nie ma bezpośredniej metody oznaczania zdolności koagulacyjnej roztworów. W przemyśle stosuje się szereg pomiarów fizyko-chemicznych, jak pomiary lepkości, punktu znieżnienia itd., które jednak nie dają obrazu zdolności koagulacyjnej.

Celem wynalazku jest opracowanie prostego i szybkiego sposobu oznaczania zdolności koagulacyjnej oraz odpowiedniej aparatury pomiarowej do przeprowadzania tego sposobu.

Zaobserwowano, że w pierwszym stadium koagulacji roztworu tworzy się na powierzchni włókna błonka polimeru. Błonka stopniowo narasta, przy czym dalsza koagulacja związana jest z dyfuzją rozpuszczalnika i kąpeli przez błonkę. Ze wzrostem grubości warstewki skoagulowanego polimeru maleje szybkość koagulacji, dążąc asymptotycznie do zera.

Warstewka skoagulowanego polimeru wyraźnie odgranicza się od roztworu i posiada stosunkowo dużą wytrzymałość mechaniczną, podczas gdy roztwór posiada w tych warunkach charakterystykę płynności zbliżoną do cieczy newtonowskiej. Zasada pomiaru zdolności koagulacyjnej, według wynalazku, polega na oznaczeniu czasu potrzebnego do utworzenia zestalonej warstewki polimeru określonej grubości. Punkt uzyskania pożądanej warstewki wskazuje

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Otton Elsner i Andrzej Ziabicki.

gwałtowny wzrost oporu mieszadełka obracającego się w badanym roztworze. Wzrost oporu powoduje wyłączenie sprzęgła przeciążeniowego i samoczynny zapis w urządzeniu rejestrującym (licznik obrotów, urządzenie samopiszzące, mechanizm zegarowy). Sposób według wynalazku pozwala na wykonywanie szybkich, prostych oznaczeń zdolności koagulacyjnej roztworów przedzalnicych poliakrylonitrylu, polichlorku, winylu, polioctanu winylu, ksantogenianu celulozy i innych polimerów w dowolnej kąpeli koagulacyjnej, w zakresie temperatur od -20°C do 200°C . Sposób ten nie wymaga skomplikowanej obsługi, a automatyzacja pomiarów znacznie ogranicza możliwe błędy.

Sposób może być stosowany zarówno w instytucjach i zakładach naukowych, jak i w laboratoriach ruchowych zakładów przemysłowych.

Na rysunku fig. 1 i 2 przedstawiają schemat aparatury pomiarowej. Fig. 3 i 4 zaś — dwa rozwiązania rurki koagulacyjnej.

Aparat do oznaczania zdolności koagulacyjnej roztworów przedzalnicych (fig. 1 i 2) składa się z ultratermostatu 1 z obiegiem środka grzejącego (np. oleju), wanny koagulacyjnej 11 z płaszczem grzejącym 2, zaopatrzonej w rurkę na termometr 10 i mieszadło 3.

W wannie 11 znajduje się rurka koagulacyjna 8, z obracającym się wewnątrz mieszadłem oporowym 7.

Mieszadło 3 i mieszadełko 7 napędzane są za pomocą silnika 4 za pośrednictwem przekładni ślimakowej 5 i układu kół zębatach.

Mieszadełko 7 połączone jest z zespołem napędzającym za pomocą sprzęgła przeciążeniowego 6. Wał mieszadełka napędza za pomocą kół zębatach licznik obrotów lub urządzenie rejestrujące 9. Całość zamocowana jest przesuwnie na statywie. Rurkę koagulacyjną według rozwiązania I (fig. 3) nakręca się na prowadnicę mieszadełka oporowego. Rurka ta posiada u dołu kołnierz, do którego przykręca się pierścien 12 dociskający siatkę lub płótno filtracyjne 13.

Mieszadełko 7 zaopatrzone jest w talerz 15 zabezpieczający przed podnoszeniem się roztworu na mieszadélku, oraz w końcówkę oporową 14 w kształcie tarczy z występami na dolnej płaszczyźnie. W chwili utworzenia się na siatce 13 warstewki skoagulowanego polimeru odpowiedniej grubości (grubość warstewki reguluje się wysokością zamocowania rurki koagulacyjnej na nieruchomej prowadnicy 19 mieszadełka), występy końcówki oporowej 14 zaczepiają o tę warstewkę, wyłącza się sprzęgło przeciążeniowe 6, co odnotowuje urządzenie rejestrujące 9. Według odmiany II (fig. 4) rurka koagulacyjna 16 posiada perforowaną ściankę 18 boczną. Siatkę lub płótno nawija się na tę perforowaną ściankę 18.

Kończówka oporowa mieszadełka zaopatrzona jest w skrzydełko 17 kształtu płaskiego.

Tworząca się na wewnętrznej powierzchni ścianki rurki warstwa skoagulowanego polimeru powoduje wzrost oporów mieszadełka i wyłączenie sprzęgła przeciążeniowego 6.

W celu wykonania pomiaru, do rurki koagulacyjnej ładuje się badany roztwór i rurkę podłącza do prowadnicy mieszadełka. Siatka lub płótno filtracyjne na dnie rurki muszą być tak dobrane, aby przy danej lepkości roztworu zabezpieczyły przed jego wyciekaniem z rurki. Następnie podnosi się na statywie wannę z kąpielą koagulacyjną, ogrzaną uprzednio obiegiem cieczy i termostatu do pożądanej temperatury.

Rurka koagulacyjna winna zanurzyć się w kąpeli koagulacyjnej do poziomu talerza 15 na mieszadélku 7.

W chwili zanurzenia rurki koagulacyjnej włącza się napęd mieszadełka oporowego, notując stan urządzenia rejestrującego. Mieszadełko winno posiadać stałe obroty 5 — 100 obr./min. (najlepiej 20—60 obr./min).

Po utworzeniu warstewki polimeru sprzęgło przeciążeniowe wyłącza się, zatrzymując urządzenie rejestrujące.

Z liczby obrotów licznika (skala bębna urządzenia samopiszzącego wskazań zegara) odczytuje się czas koagulacji.

Miarą zdolności koagulacyjnej jest czas w sekundach potrzebny do utworzenia warstewki polimeru grubości 1 mm.

Grubość warstewki reguluje się dowolnie układem aparatury (wysokością podłączenia rurki koagulacyjnej w rozwiązaniu I, a długością skrzydełek mieszadełka oporowego w odmianie II).

Grubość warstewki przyjmuje się w zależności od rodzaju roztworu, kąpeli i warunków koagulacji w granicach 0,5—5,0 mm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania zdolności koagulacyjnej roztworów przedzalnicych, znamienny tym, że mierzy się czas tworzenia się w określonych warunkach warstewki skoagulowanego polimeru o stałej grubości.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienne tym, że czas tworzenia się warstewki o danej grubości określa się na podstawie wzrostu oporu mieszadełka obracającego się w badanym roztworze.
3. Aparat do przeprowadzania sposobu według zastrz. 1, 2, znamienne tym, że składa się z ogrzewanej termostatycznie wanny koagulacyjnej, rurki koagulacyjnej z mieszadełkiem oporowym, zespołu napędzającego ze sprzęgłem przeciążeniowym, oraz urządzenia rejestrującego czas koagulacji.
4. Aparat według zastrz. 3, znamienne tym, że mieszadełko oporowe wyposażone jest w końcówkę tarczową, a warstwa skoagulowanego polimeru tworzy się na dnie rurki koagulacyjnej.
5. Odmiana aparatu według zastrz. 3, znamienne tym, że mieszadełko oporowe posiada końcówkę skrzydełkową, a warstwa skoagulowanego polimeru tworzy się na wewnętrznej stronie bocznej ścianki rurki koagulacyjnej.
6. Aparat według zastrz. 3, znamienne tym, że wyposażony jest w licznik obrotów jako urządzenie rejestrujące.
7. Aparat według zastrz. 3, znamienne tym, że wyposażony jest w układ samopiszący jako urządzenie rejestrujące.
8. Aparat według zastrz. 3, znamienne tym, że wyposażony jest w mechanizm zegarowy jako urządzenie rejestrujące.

Instytut Włókien Sztucznych
i Syntetycznych

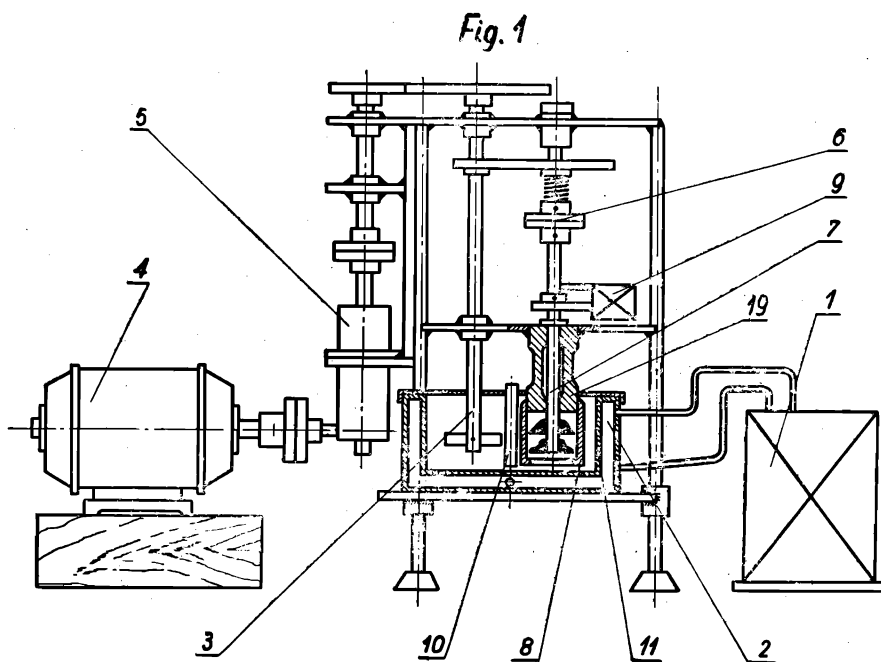


Fig. 2

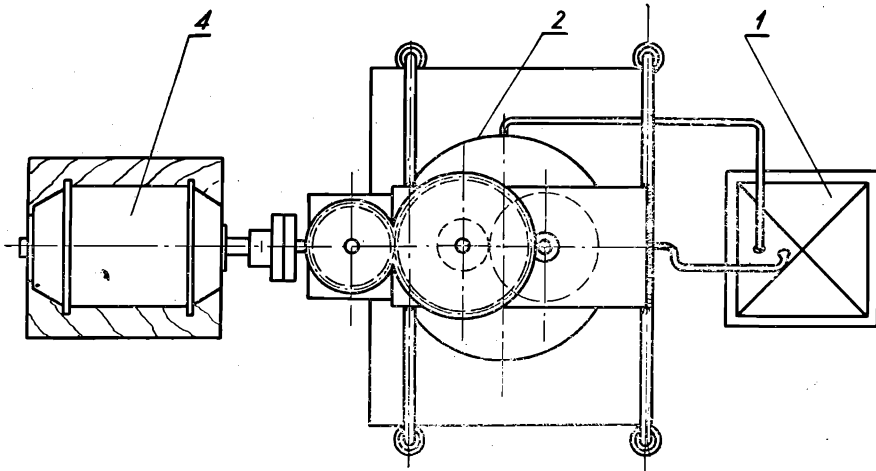


Fig. 3

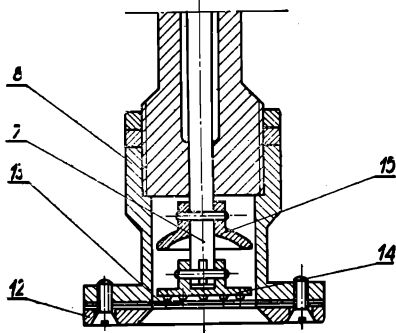


Fig. 4

