

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48540

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 04.VI.1963 (P 101 799)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.X.1964

Kl. 29 b, 3/50

MKP D 01 f. 5/04

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Włodzimierz Wroński, mgr inż. Witold Osiński, inż. Henryk Jabłoński, inż. Stanisława Hodurek.

Właściciel patentu: Łódzkie Zakłady Włókien Sztucznych, Łódź (Polska).

Sposób wytwarzania włókna kazeinowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania włókna kazeinowego.

Włókna kazeinowe wytwarza się dotychczas w ten sposób, że około 18%-owy alkaliczny roztwór kazeiny wtryskuje się przez dysze przedziałnicze do wodnej kąpeli koagulacyjnej o temperaturze około 50°C, zawierającej kwas siarkowy i siarczan sodowy. Uformowane w tej kąpeli włókno kazeinowe przepuszcza się przez wodną kąpiel solną o temperaturze 40°C zawierającą około 170 g/l siarczanu sodowego, a następnie przez wodną kąpiel glinową o temperaturze 61°C, zawierającą około 160 g/l siarczanu glinowego, około 140 g/l siarczanu sodowego i około 20 g/l kwasu siarkowego.

W kąpeli glinowej wytworzony kabel włókna kazeinowego jest poddawany okresowemu, skokowemu rozciąganiu przez zwiększenie prędkości liniowej kabla w poszczególnych sekcjach tej kąpeli, przy czym prędkość przesuwu kabla w poszczególnych sekcjach jest następująca: prędkość przedzenia w kąpeli koagulacyjnej wynosi 38 m/min., w kąpeli solnej 43,2 m/min., w pierwszej sekcji kąpeli glinowej 50 m/min, w drugiej sekcji 58,3 m/min. i w trzeciej sekcji 68,6 m/min.

W celu utrzymania w kąpeli glinowej wymaganego stężenia kwasu siarkowego, którego stężenie w tej kąpeli wzrastałoby ze względu na zawartość resztek kwasu siarkowego zawartego jeszcze we włóknach po kąpeli solnej, nadmiar kwasu siarkowego jest okresowo zubożniany za pomocą węgla sodowego.

2

Po wyjściu z kąpeli glinowej kabel włókna kazeinowego zostaje pocięty na staple. Pocięte włókno poddaje się ostatecznej obróbce hartującej w wodnych kąpielach formalinowych, najpierw w kąpeli formalinowej zimnej, o temperaturze 30°C w ciągu 4 godzin, a następnie w kąpeli gorącej o temperaturze 70°C w ciągu około 12 godzin. Obydwie wodne kąpiele formalinowe zawierają około 32 g/l formaliny, około 145 g/l siarczanu sodowego, około 15 g/l kwasu siarkowego oraz około 110 g/l siarczanu glinowego. Tak wytworzone włókno kazeinowe płucze się, przygotowuje i wysusza znanymi metodami.

Przy stosowaniu wyżej opisanego procesu technologicznego do wytwarzania włókien kazeinowych, włókna te są w kąpeli koagulacyjnej, a zwłaszcza w kąpeli solnej, to jest w początkowym okresie ich formowania, słabe, zbyt plastyczne i skłonne do pęcznienia w wodnych roztworach solnych, a przy tym lepkie i bardzo wrażliwe na działanie czynników chemicznych oraz temperatury kąpeli solnej. Pęcznienie świeżo uformowanego włókna kazeinowego i jego nadmierna lepkość w kąpeli solnej powoduje wzajemne sklejanie się ze sobą elementarnych włókienek i przyklejanie się ich do galet przesuwających kabel włókna, co pociąga za sobą częste zrywy całego kabla, zwiększenie odpadów oraz ciągłej uwagi obsługi.

Znane są z literatury patentowej sposoby traktowania skoagulowanego włókna kazeinowego w kąpeli solnej różnymi związkami chemicznymi, w celu wyeliminowania wyżej opisanych wad włókna

w początkowym procesie ich formowania. Na przykład patent japoński nr 3947 z roku 1950 zaleca wprowadzanie do kąpeli solnej gazowego aldehydu mrówkowego, co jednak komplikuje proces technologiczny, a nie przynosi żądanych efektów. Poza tym pogarsza warunki bezpieczeństwa pracy dla obsługi.

Patent francuski nr 880 635 zaleca wprowadzanie do kąpeli solnej mieszaniny aldehydu octowego i kwasu mrówkowego. Sposób ten komplikuje proces technologiczny, podraża go, lecz nie przynosi spodziewanych efektów.

Również patenty Stanów Zjednoczonych Ameryki nr nr 2408026 i 2408027 zalecają wprowadzanie do kąpeli solnej bezwodników kwasowych z domieszką wolnych kwasów alifatycznych, przy czym jako bezwodniki kwasów stosuje się bezwodnik kwasu octowego, ftalowego, propionowego, melaminowego i adypinowego. Sposoby te również nie dają żadnych efektów podrażając przy tym proces wytwarzania włókien kazeinowych.

Przewodnią myślą wynalazku jest zmiana procesu technologicznego wytwarzania włókien kazeinowych w początkowym okresie ich formowania, przez bezpośrednie wprowadzanie włókna z kąpeli koagulacyjnej do kąpeli glinowej z pominięciem kąpeli solnej.

Sposób według wynalazku polega na tym, że świeżo uformowany w znanej kąpeli koagulacyjnej kabel włókna kazeinowego wprowadza się do trzech wodnych kąpeli glinowych o jednakowym składzie i zawierających 160—170 g/l siarczanu glinowego, 180—190 g/l siarczanu sodowego oraz 40—45 g/l kwasu siarkowego, przy czym w pierwszej kąpeli glinowej utrzymuje się temperaturę 40—42°C, a kabel wprowadza się z prędkością początkową około 39 m/min, wyprowadza się zaś przy stopniowym wzroście rozciągu z prędkością około 46 m/min. Do drugiej kąpeli glinowej o temperaturze 50—52°C kabel włókna wprowadza się z prędkością około 47 m/min, a wyprowadza się przy stopniowym wzroście rozciągu z prędkością około 54 m/min, a do trzeciej kąpeli glinowej o temperaturze 60—62°C kabel włókna wprowadza się z prędkością około 55 m/min, wyprowadza się zaś przy stopniowym wzroście rozciągu z prędkością około 69 m/min, przy czym obróbka kabla w pierwszej kąpeli glinowej trwa około 10 sekund, w drugiej około 8 sekund i w trzeciej około 6 sekund.

Tak obrobiony w kąpielach glinowych kabel włókna tnie się następnie na staple i poddaje obróbce w formalinowych kąpielach hartujących. Otrzymane w wyżej opisany sposób włókno cięte wymaga zmiany składu stosowanych dotychczas kąpeli formalinowych.

Według wynalazku włókno cięte wprowadza się najpierw do kąpeli formalinowej o temperaturze około 30—35°C na czas około 4 godzin i zawierającej 30—33 g/l formaliny, 180—190 g/l siarczanu sodowego, 30—35 g/l kwasu siarkowego i 100—115 g/l siarczanu glinowego, a następnie włókno hartuje się nadal w formalinowej kąpeli gorącej o temperaturze 65—70°C o tym samym składzie, lecz w czasie 8—9 godzin.

Tak zahartowane już włókno wykańcza się dalej znanymi metodami.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku uzyskuje się włókna o lepszych własnościach, które są uwidocznione na załączonej tabeli:

Własności	jednostki	Metoda dotychczasowa	Metoda według wynalazku
den		4,11—4,13	4,07—4,1
wytrzymałość na sucho	G/den	0,96—0,98	0,98—1,0
samozryw	Km	8,6 —8,8	8,9 —9,0
wytrzymałość na mokro	G/den	0,43—0,45	0,45—0,47
wydłużenie	%	47—46	46—44
pęcznienie	%	45—50	35—42
odporność na gotowanie		zła	średnia
zużycie siarczanu sodowego	kg/tona	463	—
zużycie kazeiny	kg/tona	916	914

Należy tu podkreślić, że sposób według wynalazku nie tylko upraszcza proces technologiczny, lecz również znacznie zmniejsza ilość odpadków, zmniejsza zużycie siarczanu sodowego, a jednocześnie polepsza własności użytkowe wytwarzanego włókna kazeinowego przy zmniejszonych kosztach jego wytwarzania.

Przykład. 18%-owy roztwór przedzalniczy kazeiny przepuszcza się przez dysze przedzalnicze do znanej kąpeli koagulacyjnej o temperaturze 49°C, zawierającej 76 g/l kwasu siarkowego i 340 g/l siarczanu sodowego, a wytworzony kabel włókna obrabia się w trzech kolejnych wodnych kąpielach glinowych, zawierających 165 g/l siarczanu glinowego, 185 g/l siarczanu sodowego i 43 g/l kwasu siarkowego. Temperatura pierwszej kąpeli glinowej 40°C, drugiej 50°C, a trzeciej 60°C. Przez pierwszą kąpiel glinową kabel włókna przeciąga się w czasie 10 sekund i przy stopniowym rozciągu z prędkością początkową 39 m/min, końcową zaś 46,6 m/min, przez drugą kąpiel glinową przepuszcza się kabel w czasie 8 sekund przy stopniowym rozciągu z prędkością początkową 47,5 m/min i końcową 54,5 m/min, a przez trzecią kąpiel glinową w czasie 6 sekund przy stopniowym rozciągu z prędkością początkową 55,5 m/min i końcową 68,6 m/min.

Kabel uformowanego włókna tnie się na staple, a włókno pocięte obrabia w ciągu 4 godzin formalinową kąpielą hartującą o temperaturze 35°C zawierającą 32 g/l formaliny, 185 g/l siarczanu sodowego, 32 g/l kwasu siarkowego i 110 g/l siarczanu glinowego, a następnie obrabia formalinową kąpielą hartującą o tym samym składzie i temperaturze 68°C w ciągu 9 godzin.

Dalsze wykończenie włókna, polegające na płukaniu, preparowaniu i jego suszeniu przeprowadza się znanymi metodami. Uzyskuje się włókno kazeinowe o następujących własnościach: den 4,07, wytrzymałość na sucho 0,98 G/den, samozryw 8,9 Km, wytrzymałość na mokro 0,45 G/den, wydłużenie 46%, pęcznienie 35%, odporność na gotowanie, wykonana metodą umowną — średnia. Oszczędność zużycia

siarczaniu sodowego na 1 tonę wytwarzanego włókna wynosi 463 kg, oraz kazeiny włókienniczej 2 kg/tonę.

Wytworzone włókno kazeinowe ma przy tym lepszy chwyt i jest bardziej elastyczne, niż przy dotychczasowej metodzie jego wytwarzania.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania włókna kazeinowego przez koagulowanie przedzalniczego roztworu kazeinowego w kąpielu koagulującej i utrwalanie otrzymanego włókna połączone z jego rozciąganiem, znamienny tym, że wytworzony w kąpielu koagulacyjnej kabel włókna poddaje się działaniu trzech kolejnych kąpielu glinowych zawierających 160—170 g/l siarczaniu glinowego, 180—190 g/l siarczaniu sodowego, 40—45 g/l kwasu siarkowego przy stopniowym rozciąganiu w tych kąpielach, z których pierwsza kąpiel glinowa o temperaturze około 40°C trwa około 10 sekund, druga kąpiel o temperaturze około 50°C trwa około 8 sekund, a trzecia kąpiel o temperaturze około 60°C trwa około 6 sekund, po czym kabel tnie

się na stapie, a pocięte włókno obrabia się formalinową kąpielą hartującą w ciągu 4 godzin w temperaturze 30—35°C, zawierającą 30—33 g/l formaliny, 180—190 g/l siarczaniu sodowego, 30—35 g/l kwasu siarkowego i 100—115 g/l siarczaniu glinowego, następnie zaś obrabia się w drugiej formalinowej kąpielu hartującej o tym samym składzie i o temperaturze 65—70°C w ciągu 8—9 godzin, po czym utrwalone już włókno wykańcza się znanymi metodami.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w pierwszej kąpielu glinowej kabel włókna poddaje się stopniowemu rozciąganiu wprowadzając go z prędkością początkową około 39 m/min i końcową około 46 m/min, w drugiej kąpielu glinowej kabel włókna poddaje się dalszemu stopniowemu rozciąganiu wprowadzając go z prędkością początkową około 47 m/min i końcową około 54 m/min, a w trzeciej kąpielu glinowej włókna poddaje się ostatecznemu stopniowemu rozciąganiu wprowadzając go z prędkością początkową 55 m/min i końcową 69 m/min.