

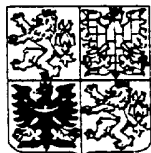
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

282 262

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2444-96**

(22) Přihlášeno: **13. 02. 92**

(30) Právo přednosti:
15. 02. 91 GB 91/9103297

(40) Zveřejněno: **11. 06. 97**
(Věstník č. 6/97)

(47) Uděleno: **15. 04. 97**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **11. 06. 97**
(Věstník č. 6/97)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:
D 01 F 2/00

(73) Majitel patentu:

Courtaulds PLC, London, GB;

(72) Původce vynálezu:

Taylor James Martin, Alveston, GB;

(74) Zástupce:

Čermák Karel Dr., Národní 32, Praha 1,
11000;

(54) Název vynálezu:

**Způsob výroby podlouhlého celulózo-
vého členu zvláknováním roztoku celulózy
v rozpouštědle**

(57) Anotace:

Způsob výroby podlouhlého celulózo-
vého členu zvláknováním roztoku celulózy v rozpouštědle, při
němž se (i) celulóza rozpustí v rozpouštědle, které je
mísitelné s vodou, za vzniku zvláknovacího roztoku,
(ii) zvláknovací roztok se vytlačí alespoň jedním otvo-
rem do vodné zvláknovací lázně, za vzniku podlouhlé-
ho členu, (iii) podlouhlý člen se vede alespoň jednou
vodnou lázní, za účelem odstranění rozpouštědla a
(iv) podlouhlý člen se usuší, za vzniku suchého pod-
louhlého členu, jehož podstata spočívá v tom, že se
hodnota pH každé alespoň jedné prací lázně, udržuje
na hodnotě 8,5 nebo nižší přidávkem kyseliny k
alespoň jedné z prací lázní.

CZ 282 262 B6

Způsob výroby podlouhlého celulózového členu zvlákňováním roztoku celulózy v rozpouštědle

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby podlouhlého členu, z celulózy, zvlákňováním roztoku v rozpouštědle. Zejména, i když nikoliv výlučně, se vynález týká způsobu výroby celulózových vláken.

10

Dosavadní stav techniky

Způsoby výroby podlouhlých celulózových výrobků, jako jsou vlákna a filmy, jsou dobře známe.

15

Celulózová vlákna se vyrábějí z polymerních molekul, které se skládají z velkého počtu vzájemně spojených anhydroglukosových jednotek. Některá celulózová vlákna jsou přírodní, jako například bavlna, jiná, například umělé hedvábí, se vyrábějí regenerací z vláken rostlinného původu, jako například ze dřeva.

20

Viskóзовé hedvábí je regenerované celulózové vlákno, které se vyrábí tak, že se na celulózu působí hydroxidem sodným a potom se provede xantogenace na sodnou sůl xanthátu celulózy, která představuje intermediární chemickou sloučeninu. Tato sloučenina se rozpustí v hydroxidu sodném a tím vznikne tzv. viskóza. Viskóza se skládá z chemické sloučeniny celulózy, tj. sodné soli xanthátu celulózy, rozpuštěné v roztoku hydroxidu sodného. Po filtraci se viskóza vytlačuje či zvlákňuje do kyselé lázně, přičemž vzniká vlákno. V kyselé lázni se sodná sůl xanthátu celulózy rozkládá a regeneruje se celulóza.

25

Nedávno byly vyvinuty postupy, při nichž se celulóza může přímo rozpouštět v rozpouštědle, aniž by bylo nutno ji převádět na intermediární chemickou sloučeninu. Roztok celulózy v některých rozpouštědlech, například terciárních amin-N-oxidech (které jsou v tomto popisu dále označovány termínem aminoxidy), je možno přímo zvlákňovat do zvlákňovací lázně, přičemž vzniká podlouhlý člen, jako například vlákno, tím, že se rozpouštědlo rozpustí ve vodě obsažené ve zvlákňovací lázni a dojde k rekrystalizaci či vysrážení celulózy. Tento typ postupu

35

Jako konkrétní dokumenty je možno uvést FR 2407280, FR 2450293 a GB 2001320.

Ve FR 2407280 je popsán způsob výroby celulózových vláken zvlákňovaných z roztoku v rozpouštědle, při němž se roztok celulózy ve vodném terciárním aminoxidovém rozpouštědle vytlačuje zvlákňovací tryskou přes vzduchovou mezeru do vodné koagulační lázně. Při průchodu vzduchovou mezerou se vlákna potahují kapalinou (například vodou nebo určitými organickými sloučeninami), která potlačuje rozpouštěcí vlastnosti aminoxidu na celulózu, a tím se snižuje sklon vláken ke vzájemnému slepování. Vlákna vystupující z koagulační lázně se řezou na střížovou délku, perou a suší. Nejsou zde uvedeny žádné podrobnosti vztahující se k pracovnímu stupni.

45

Ve FR 2450293 je popsán způsob výroby tvářených celulózových výrobků, jako jsou vlákna a filmy, zvlákňováním z roztoku v rozpouštědle. Při tomto způsobu se roztok celulózy ve vodném terciárním aminoxidovém rozpouštědle vytlačuje tryskou přes vzduchovou mezeru do přednostně vodné koagulační lázně, přičemž vzniká tvářený výrobek. Podle příkladů uvedených v tomto dokumentu se takto vyrobená vlákna potom mohou řezat za střížovou délku, prát, bělit vodným roztokem chlornanu sodného, neutralizovat zředěným vodným roztokem kyseliny octové a sušit. Nejsou zde uvedeny žádné podrobnosti vztahující se ke stupni praní. Jak je podrobněji

50

vysvětleno dále, pH konvenčních bělicích roztoků se bázi chrornanu sodného je obvykle v rozmezí od 10 do 11.

5 V GB 2001320 je popsán způsob výroby roztoku celulózy ve vodném terciárním aminoxidovém rozpouštědle. Takový roztok je možno vytlačovat zvlákňovací tryskou za vzniku vláken. Vlákná je možno prát na cívce a sušit v přadení nebo je možno je řezat na střížovou délku a čistit, aby se odstranil všechen aminoxid. Žádné další podrobnosti vztahující se k pracímu stupni zde nejsou uvedeny.

10 Po zvlákňovacím stupni postupu zvlákňování roztoku v rozpouštědle se vlákno vede sérií vodních lázní, aby se odstranil zbytek aminoxidu, který je v celulóze ještě přítomen, bělicí lázní a pracími lázněmi. Přitom se získá celulózové vlákno, z něhož byl prakticky úplně odstraněn aminoxid. Po průchodu pracími lázněmi se vlákno usuší v konvenční sušárně a tak se získá kabel, který se dále zpracovává.

15 Přímá výroba celulózových podlouhlých členů, jako jsou vlákna, zvlákňováním roztoku v rozpouštědle, místo zvlákňováním viskózy má určité obchodní výhody před viskóзовým postupem v tom, že vyžaduje použití podstatně menšího množství chemikálií a potřebné výrobní zařízení je jednodušší. Zjistilo se však, že celulózová vlákna, která jsou vyrobena takovým přímým zvlákňováním roztoku v rozpouštědle, mají jiné vlastnosti než regenerovaná celulózová vlákna vyrobená viskóзовým výrobním postupem. Zjistilo se zejména, že u celulózových vláken vyrobených zvlákňováním roztoku v rozpouštědle dochází při oděru za vlhka k fibrilaci.

20 Při fibrilaci dochází k částečnému rozlomení vlákna v podélném směru, při němž vznikají na vlákně krátké chloupky. Tyto chloupky mají sklon tvořit zákrut a vzniklé vlákno má při kontrole pod mikroskopem "chlupatý" vzhled. Chloupky či fibrily na povrchu vlákna způsobují dva hlavní problémy. Prvním problémem je vzhled látky a druhým tendence látky vytvářet na povrchu žmolky.

25 Barvit je možno buď volná vlákna nebo látky utkané z neobarveného materiálu. Látky se barví jedním ze dvou následujících způsobů. Látka se může barvit buď v plné šíři (našíroko), což znamená, že se materiál barví kontinuálně, nebo v provazci, což znamená, že se látka barví po dávkách vyčerpáváním barviva z lázně.

35 Oba tyto postupy mají své vlastní výhody i nevýhody. Mnoho látek se barví barvením v provazci, což umožňuje barvení malých množství látky a navíc při tomto způsobu barvení vzniká méně odpadů a zkracují se prostoje. Při tomto způsobu se v podstatě postupuje tak, že se látka stlačí do provazce, který se potom barví v kypě. Zjistilo se, že je-li látka utkána nebo upletena z celulózových vláken vyrobených z roztoku celulózy, který byl vyroben přímým rozpuštěním celulózy v rozpouštědle, dochází u ní při barvení v provazci k fibrilaci. Po vybarvení má látka, v důsledku přítomnosti fibril, na povrchu bílý vzhled připomínající námrazu, což je v mnoha případech nepřijatelné, zejména tehdy, když se látka barví na tmavý odstín, jako je námořnická modř nebo čern, poněvadž světlá, bílá "námraza" fibril je na tmavém pozadí velmi patrná. Pozdější praní látky po použití může fibrilační efekt ještě zhoršit, takže oděv vyrobený z takové látky je z vizuálního hlediska nepřijatelný, přestože z fyzického hlediska je úplně použitelný.

40 Tkané látky je sice možné barvit našíroko, barvení pletenin tímto způsobem však často není praktické, poněvadž v průběhu barvení je nutno nechat látku relaxovat. Barvení našíroko má tendenci poskytovat tužší a hrubší látky než barvení v provazci.

50 Jak již bylo uvedeno výše, materiál, u něhož došlo v průběhu barvicího postupu k fibrilaci, má sklon k další fibrilaci při praní a po opakovaném praní se fibrily sbalí do žmolků. Jelikož jsou celulózová vlákna vyrobená z rozpouštědlových systémů sama o sobě pevná, žmolky zůstávají

na vláknech a z tkaniny neopadávají. Opět se to projeví snížením atraktivnosti látek a oděvů zhotovených z takových fibrilovaných vláken.

Existuje tedy potřeba vyvinout způsob, kterým by bylo možno snížit sklon k fibrilaci u celuló-
zových vláken zvlákněných z roztoků v rozpouštědlech, které byly vyrobeny přímým rozpouš-
těním celulózy v těchto rozpouštědlech.

Podstata vynálezu

S překvapením se nyní zjistilo, že přísnou regulací hodnoty pH prací lázně nebo pracích lázní, kterých se používá při výrobě podlouhlých členů z celulózy přímým zvlákněním celulóзовých roztoků, je možno podstatně ovlivnit vlastnosti vyrobených podlouhlých členů, zejména tendenci takových vláken k fibrilaci při mnohem pozdějších stupních.

Předmětem vynálezu je způsob výroby podlouhlého celulóзовého členu zvlákněním roztoku celulózy v rozpouštědle, při němž se

- (i) celulóza rozpustí v rozpouštědle, které je mísitelné s vodou, za vzniku zvláknovacího roz-
toku,
- (ii) zvláknovací roztok se vytlačí alespoň jedním otvorem do vodné zvláknovací lázně, za vzniku podlouhlého členu,
- (iii) podlouhlý člen se vede alespoň jednou vodnou lázní, za účelem odstranění rozpouštědla a
- (iv) podlouhlý člen se usuší, za vzniku suchého podlouhlého členu,

jehož podstata spočívá v tom, že se hodnota pH každé alespoň jedné prací lázně, udržuje na hodnotě 8,5 nebo nižší přidávkem kyseliny k alespoň jedné z pracích lázní.

Podlouhlým členem může být vlákno, film nebo trubka.

Podlouhlý člen se může zpracovávat vodou při hodnotě pH 7 nebo nižší a před jeho usušením je nutno se vyhnout jeho expozici vodným roztokům, jejichž hodnota pH je vyšší než 8,5.

Jako rozpouštědla pro celulózu se přednostně používá aminoxidu, který je kompatibilní s vodou. Jako typické aminoxidy, které rozpouštějí celulózu a jsou rozpustné ve vodě, je možno uvést N,N-dimethylcyklohexylamin-N-oxid, N,N-dimethylethanolamin-N-oxid, N-methylmorfolin-N-oxid a N,N-dimethylbenzylamin-N-oxid. Zvláknovací roztok může dále obsahovat vodu.

Zvláknovací roztok se přednostně vede do vodné zvláknovací lázně, z níž se rozpouštědlo regeneruje pro následující recirkulaci. Vzniklý podlouhlý člen se potom vede několika vodnými pracími lázněmi. Hodnota pH vodné lázně nebo lázní, zejména prací lázně nebo lázní, se udržuje vyšší než 3, přednostně vyšší než 4, vyšší než 4,5 nebo vyšší než 5, ale nižší než 6,5. V dalším přednostním provedení se hodnota pH udržuje na hodnotě nižší než 6, ještě výhodněji na hodnotě nižší než 5,5 nebo v rozmezí od 5 do 6.

Po usušení se vlákna mohou popřípadě bělit v bělicí lázni, aby se získalo vybělené vlákno.

Vhodnou kyselinou pro udržování hodnoty pH lázně nebo lázní pod 7 je kyselina mravenčí, kyselina octová, kyselina chlorovodíková nebo kyselina sírová.

Jednotlivá provedení tohoto vynálezu jsou podrobněji popsána dále za použití přiloženého výkresu.

Přehled obrázků na výkrese

Na obr. 1 je schematicky znázorněna v řezu část výrobní linky pro výrobu celulózových vláken. Na obr. 2 je uveden graf závislosti fibrilačního čísla (F) na pH.

5

10

Celulóza ve formě dřevní buničiny se může rozpustit v aminosidu jakýmkoliv vhodným způsobem, který je například popsán v US patentu č. 4 144 080 nebo v GB patentové publikaci 2 007 147. Obě tyto a všechny následující citace jsou zde uvedeny náhradou za přenesení jejich celkového obsahu do popisu tohoto vynálezu. Výsledný roztok obvykle obsahuje 23,8 % hmotnostního celulózy v aminosidu a obvykle s k němu přidává 10,5 % hmotnostního vody, aby vznikl vhodný roztok pro zvláknění.

15

20

Zvláknovací roztok se může zvláknovat, tj. vytlačovat, jakýmkoliv známým způsobem, jako je zvláknování do vodné zvláknovací lázně. Tvar podlouhlého členu je v podstatě určován tvarem otvoru, kterým se zvláknovací roztok zvláknuje. Má-li otvor tvar štěrbin, získá se film, je-li prstencovitý, získá se trubka a je-li kruhovitý nebo v podstatě kruhovitý, získá se vlákno s kruhovitým nebo v podstatě kruhovitým průřezem. Ve zvláknovací lázni gel koaguluje a ze vzniklého koagulačního meziproductu difunduje aminosid, takže se rozpuštěná celulóza přetváří do podoby celulózového podlouhlého členu.

25

Za použití zvláknovací hubice s větším počtem otvorů se může získat více než jedno vlákno.

V dalším popisu je vynález objasňován pouze na případu vláken, jakožto příkladu podlouhlého členu, aniž by to mělo mít za cíl omezit podlouhlý člen tímto způsobem.

30

35

V dalším stupni výroby použitelných vláken se celulózové vlákno s obsahem aminosidu vede ze zvláknovací lázně sérií vodných pracích lázní, aby se z něho odstranil zbytek aminosidu.

Při postupu, který je znázorněn na obr. 1, se vlákno 1, které ještě obsahuje zbytek aminosidu, vede po vytlačení zvláknovací hubicí a průchodu systémem první zvláknovací lázně do prací linky. Vlákno 1 má za normálních podmínek podobu kabelu tvořeného sérií jednotlivých vláken. Vlákno 1 může být tvořeno mnoha sty nebo tisíci jednotlivých vláken či provazců. Potom vlákno postupuje okolo série válečků, jako je váleček 2, do většího počtu vodných pracích lázní, jako jsou prací lázně 3, 4, 5, 6 a 7.

40

V protiproudu vzhledem k vláknu 1 se láznemi vede voda, která přepadává z lázně 7 do lázně 6 atd. a při průchodu vlákna prací linkou z něj vymývá aminosid. Do lázně 7 se uvádí čerstvá demineralizovaná voda, což je na obr. 1 znázorněno šipkou 8.

45

Na konci vychází z linky vlákno 9, které v podstatě neobsahuje žádný aminosid, ale které obsahuje vodnou vlhkost.

Toto vlákno potom vstupuje do sušárny 10, která v podstatě obsahuje sérii vytápěných válečků 11, 12 a 13. Těmito válečky se vede horký vzduch, aby se vlákno konvenčním způsobem usušilo.

50

Pokud se týče fyzického uspořádání, představuje výrobní linka, která je znázorněna na obr. 1, standardní výrobní linku. Linka může podle potřeby dodatečně obsahovat případné prvky, které například slouží pro dloužení za tepla nebo dloužení v páře.

Pokud by se při výrobě postupovalo konvenčním viskózním výrobním postupem, byla by jednou z lázní 3 až 7, 6 kterými vlákno 1 prochází, bělicí lázeň, jejíž úlohou je vlákno vybělit a zbavit jej tak barevných nečistot. Pro bělení vlákna se obvykle používá alkalické bělicí lázně. V této alkalické lázni, která má pH přibližně 10 až 11, se obvykle jako bělicího prostředku

používá chlornanu sodného. Bělící lázeň bývá zařazena před následujícími promývacími stupni, v nichž se vlákno promývá demineralizovanou vodou.

5 Nyní se neočekávaně zjistilo, že jestliže se vlákno neuvádí před sušením v sušárně 10 do styku s alkalickou lázní o vyšším pH než 8,5, jeho sklon k fibrilaci při pozdějším mokřém zpracování, které se provádí po usušení vlákna, se významně sníží.

10 Zvlákňovací lázeň, v níž se odstraňuje hlavní část aminoxidu, má obvykle pH 8,5. V této lázni se zvlákňovací roztok mění na celulózové vlákno. Hodnota pH lázni v prací lince potom postupně klesá z hodnoty asi 8,5 tak dlouho, až dosáhne v poslední lázni 7, do níž se uvádí demineralizovaná voda pro celou prací linku, pH 5,5. Důvod, proč je pH demineralizované vody asi 5,5 a nikoliv 7, spočívá v tom, že za normálních okolností se z demineralizované vody, které se používá jako násady, neodstraňuje oxid uhličitý. Tento oxid uhličitý činí vodu mírně kyselou.

15 Nyní se s překvapením zjistilo, že když se před sušením vlákna vypustí zpracování v alkalické bělící lázni, nemá následné alkalické zpracování předem vysušeného vlákna za vlhka, i když se provádí při pH vyšším než 8,5, jak tomu bývá u bělících lázní, stejný účinek, pokud se týče tvorby fibril ve vlákne při pozdějším mechanickém zpracování za mokra, jaký by se dostavil, pokud by vlákno nebylo zpracováno způsobem podle vynálezu.

25 Celulózové vlákno, které nebylo vyrobeno způsobem podle vynálezu, nýbrž které bylo vyrobeno tak, že se celulóza rozpustí v aminoxidu, vzniklý roztok se zvlákni a dosud nikdy nesušené vlákno se vybělí za použití alkalické bělící lázně o pH vyšším než 8,5, nevykazuje fibrilaci ve stadiu, kdy opouští sušicí linku. Takové vlákno nefibriluje ani v tom případě, jestliže je zpracováno za sucha a to ani tehdy, je-li podrobena značnému mechanickému namáhání a oděru. Vyrobené vlákno se zpravidla vede do obloučkovacího zařízení a potom se stříhá na stříž. Stříž se potom myká a zpracovává na pramen, z kterého se přede příze. Příze se potom může zpracovávat pletením nebo tkaním za sucha a ani po celém tomto zpracování nedochází u vlákna k podstatné fibrilaci. K fibrilaci vlákna, které nebylo vyrobeno způsobem podle vynálezu, dochází teprve tehdy, když se výsledná příze z celulózového materiálu, která je z takového vlákna vyrobena, mechanicky zpracovává za mokra. To je důvodem, proč taková vlákna nebylo až dosud možno barvit barvením v provazci bez toho, že by došlo k jejich podstatné fibrilaci.

35 U vláken, která jsou zpracována způsobem podle vynálezu, nemá mechanické zpracování za sucha žádný účinek na fibrilaci, podobně jako je tomu u známých vláken, ale navíc se zjistilo, že dochází k podstatně nižšímu sklonu k fibrilaci, jestliže se vlákno mechanicky zpracovává za mokra.

40 Vlákna vyrobeného podle vynálezu se proto může používat pro tkaní nebo pletení a vzniklé materiály je možno barvit lázniovým způsobem technologií barvení v provazci, tj. diskontinuálně, aniž by vznikalo podstatné množství fibril.

45 Příklady provedení vynálezu

Pro vyhodnocení přesné hodnoty pH, při které se dosáhne účinku podle vynálezu, byla nejprve připravena série standardů pro stanovení tzv. fibrilačního čísla.

50 Pro měření fibrilace a stanovení stupnice, podle níž by bylo možno klasifikovat změny fibrilace, byla identifikována série vláken vykazujících nulovou a postupně se zvyšující fibrilaci. Potom byla odměřena standardní délka vlákna a na této standardní délce byly spočítány fibrily (jemné chloupky vycházející z hlavního tělesa vlákna). Délka každé fibrily byla změřena pod mikro-

skopem a u každého vlákna byla stanovena jeho charakteristická hodnota, jakožto násobek počtu fibril a jejich průměrné délky.

5 Vláknem s nejvyšší charakteristickou hodnotou, tj. nejvíce fibrilované vlákno, bylo klasifikováno fibrilačním číslem 10. Zcela nefibrilované vlákno obdrželo hodnotu fibrilačního čísla 0. Zbývající vlákna obdržela hodnoty fibrilačního čísla v rozmezí od 1 do 10, podle toho, jakou charakteristickou hodnotu vykazovala.

10 Změřených vláken bylo potom použito pro vytvoření optické stupnice. Fibrilační číslo u každého jiného souboru vláken bylo potom stanoveno tím způsobem, že každé vlákno ze vzorku zahrnujícího 5 nebo 10 vláken bylo opticky porovnáváno pod mikroskopem se sérií vláken s odstupňovanou fibrilací a na základě tohoto porovnání mu bylo přiděleno fibrilační číslo. Z vizuálně stanovených hodnot fibrilačního čísla byl potom vypočítán průměr, který představoval fibrilační číslo vzorku, podrobeného danému zpracování. Bylo konstatováno, že vizuální
15 stanovení a jeho zprůměrování je v mnoha případech rychlejší než skutečné měření a zjistilo se, že zkoušení technologové v oboru vláken dojdou tímto způsobem ke stejnému hodnocení vláken.

Až dosud neexistuje žádná mezinárodně schválená norma pro charakterizaci fibrilace, a proto norma pro hodnocení fibrilace vyvinutá původci je poněkud subjektivní. Její výhodou však je, že
20 umožňuje kvantitativní porovnávání vláken.

Vláknem zvlákněna z roztoku v rozpouštědle pro zkoušení se vyrobí obecně známým postupem podle následujícího protokolu:

25 Dřevní buničina jakosti pro rozpouštění se suspenduje ve vodném N-methylmorfolin-N-oxidu (NMMO) za vzniku směsi obsahující asi 20 % vody. Směs se nechá projít filmovou odparkou (například Filustruder(R)) za zvýšené teploty a sníženého tlaku, přičemž dojde k rozpouštění celulózy za vzniku zvláknovacího roztoku, který obsahuje 10 až 20 % celulózy, 7 až 14 % vody, přičemž zbytek je tvořen NMMO. Horký zvláknovací roztok se potom vytlačí zvláknovací
30 tryskou s otvory o průměru asi 70 až 150 μ m do vodné koagulační lázně o teplotě okolí nebo teplotě jí blízké za vzniku vlákna. Vláknem se vede v protiproudu sérií vodných lázní, kde se z něho vypere NMMO a vlákno se vysuší a shromáždí.

35 Byla provedena série zkoušek s vlákny, při níž byla hodnota pH v první prací lázni 3 (viz obr. 1), do níž vlákno přichází po opuštění zvláknovací lázně, měněna v rozmezí od 3 do 8. Zvláknovací lázeň měla hodnotu pH asi 8,5. Tuto hodnotu nelze snadno měnit, aniž by to znamenalo narušení systému regenerace aminoxidu. Demineralizovaná voda, která byla uváděna do lázně 7 v místě 8 měla pH 6,5. Po vyprání a usušení bylo usušené vlákno podrobeno následujícímu prahování, bělicímu a barvicímu zpracování:

40 1 g vlákna se umístí do barvicí trubky z nerezové oceli v Roachesově lázni. Do lázně se přidá vodný prací roztok, který obsahuje

2 g/l aniontového detergentu (Detergyl) a
45 2 g/l uhličitanu sodného

a roztok se zahřeje na 95 °C, načež se při této teplotě udržuje po dobu 60 minut. Potom se prací roztok z lázně vyleje a vlákno, které je stále umístěno v barvicí trubce, se opláchne nejprve horkou a potom chladnou vodou z vodovodu.

50 Potom se vlákno v trubce bělí vodným roztokem, který obsahuje

15 ml/l peroxidu vodíku,
2 g/l stabilizátoru (Prestogen PC) a
1 g/l hydroxidu sodného

5 po dobu 90 minut při 95 °C.

Vlákno v barvicí trubce se znovu opláchne nejprve horkou a potom chladnou vodou z vodovodu.

Potom se vlákno barví za použití vodného roztoku barviva, který obsahuje:

10

8 % hmotnostních barviva Procion Navy HER-150,
55 g/l síranu sodného a
20 g/l uhličitanu sodného.

15

Vlákno se barví 60 minut při 80 °C. Dále se vlákno, stále v barvicí trubce, vypere, aby se zbavilo volného barviva, za použití 2 ml/l vodného roztoku prostředku Sandopur SR. Praní probíhá při 100 °C po dobu 20 minut.

20

Dále se vlákno opláchne chladnou vodou a usuší na vzduchu při 90 °C. Malé vzorky vlákna zpracovaného při různých hodnotách pH se potom vizuálně hodnotí, za účelem stanovení fibrilačního čísla.

25

Vliv pH na hodnotu fibrilačního čísla je zřejmý z obr. 2. Z grafu na obr. 2 je vidět, že změna pH v rozmezí od 4 do 6 má jen velmi malý vliv na fibrilaci vlákna. Když však pH vzroste nad 6, dojde k podstatnému zvýšení fibrilačního čísla. Jako kyselého prostředku, kterým se udržuje vlákno při pH nižším než 6,5, se v první lázni obvykle používá pufrované kyseliny octové, jako je kyselý prostředek "Sandacid BS", což je výrobek firmy Sandoz.

30

Byly provedeny také další zkoušky za účelem zjištění vlivu ještě vyšších hodnot pH při zpracování před prvním sušením na fibrilaci. Ze zvlákňovací lázně byly odebrány vzorky nikdy nesušeného celulóзовého vlákna, vyrobeného zvlákňováním v roztoku v rozpouštědle a tyto vzorky byly ponořeny do roztoků s různým pH v rozmezí od 4,0 do 12,5, aby se odstranil zbytek aminoxidu. Potom byly tyto vzorky usušeny při 100 °C při tomto pH, aniž by byly vyprány vodou. Po usušení byly zjištěny tyto hodnoty fibrilačního čísla:

35

pH	Fibrilační číslo
4,0	1,8
7,0	2,6
9,0	3,4
11,0	3,6
12,5	6,0

40

Novým způsobem podle vynálezu je tedy možno získat podlouhlý člen, zejména vlákno, se zvýšenou odolností proti fibrilaci, aniž by došlo k podstatnému ovlivnění jeho tažnosti a pevnosti. Zpracování podle vynálezu je levné, poněvadž se při něm vypouští alkalické zpracování vlákna a tím se snižuje doba setrvání ve zpracovatelské lince, která je pro výrobu vlákna nutná. Vypuštění bělicího stadia odstraňuje nutnost používat chlornanu, což je opatření, které je z ekologického hlediska užitečné. Nebělené vlákno má trochu žlutší vzhled než vlákno bělené, ale jeho odstín je zcela přijatelný, jakožto základní odstín pro další barvení. Bělost vlákna je srovnatelná s bělostí bělené bavlny. Skutečnost, že vlákno, které bylo sušeno bez toho, že by před tím bylo vystaveno vyšší hodnotě pH než 8,5, je možno následně bělit při vysokých hodnotách pH, například 10 až 13, aniž by došlo ke sklonu k vysoké fibrilaci, je velmi

45

překvapující, vzhledem k tomu, že stejné zpracování provedené před sušením by mělo za následek vznik vlákn s velkým sklonem k fibrilaci.

Stejným způsobem je možno zpracovávat i filmy nebo trubky z celulózy tvarované zvlákněním roztoku celulózy v rozpouštědle.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby podlouhlého celulózového členu zvlákněním roztoku celulózy v rozpouštědle, při němž se

- (i) celulóza rozpustí v rozpouštědle, které je mísitelné s vodou, za vzniku zvlákněvacího roztoku,
- (ii) zvlákněvací roztok se vytlačí alespoň jedním otvorem do vodné zvlákněvací lázně, za vzniku podlouhlého členu,
- (iii) podlouhlý člen se vede alespoň jednou vodnou lázní, za účelem odstranění rozpouštědla a
- (iv) podlouhlý člen se usuší, za vzniku suchého podlouhlého členu,

vyznačující se tím, že se hodnota pH každé alespoň jedné prací lázně, udržuje na hodnotě 8,5 nebo nižší přidávkem kyseliny k alespoň jedné z pracích lázní.

2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se jako rozpouštědla použije aminoxidu, který je kompatibilní s vodou.

3. Způsob podle nároku 2, **vyznačující se tím**, že se aminoxid volí ze souboru zahrnujícího N,N-dimethylcyklohexylamin-N-oxid, N,N-dimethylethanolamin-N-oxid, N-methylmorfolin-N-oxid a N,N-dimethylbenzylamin-N-oxid.

4. Způsob podle nároků 1, 2 nebo 3, **vyznačující se tím**, že zvlákněvací roztok navíc obsahuje vodu.

5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že se podlouhlý člen vede v protiproudu několika pracími lázněmi.

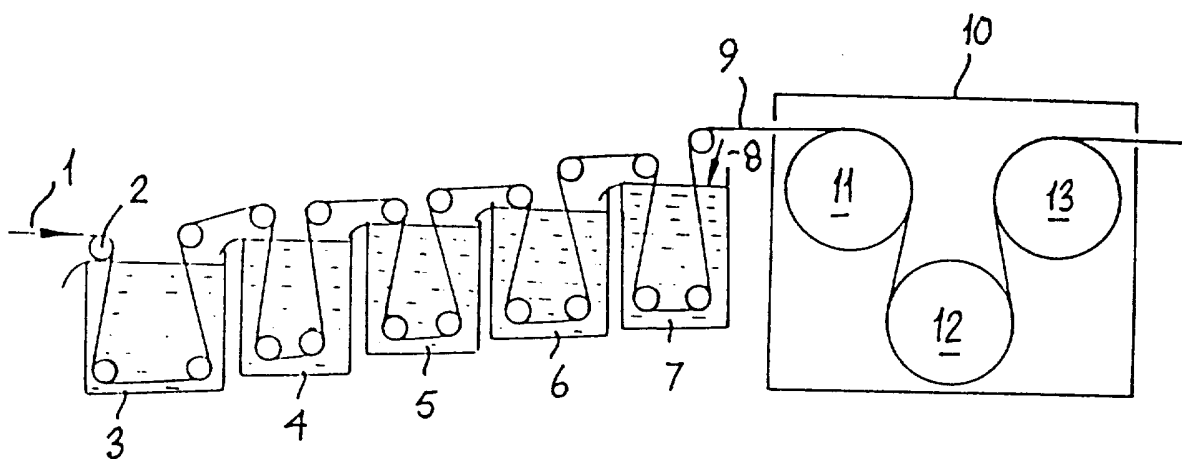
6. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se zvlákněvací roztok vede nejprve do vodné lázně, z níž se regeneruje rozpouštědlo pro recirkulaci a potom do několika vodných pracích lázní.

7. Způsob podle nároků 5 nebo 6, **vyznačující se tím**, že se pH v první prací lázni udržuje v rozmezí od 4 do 6.

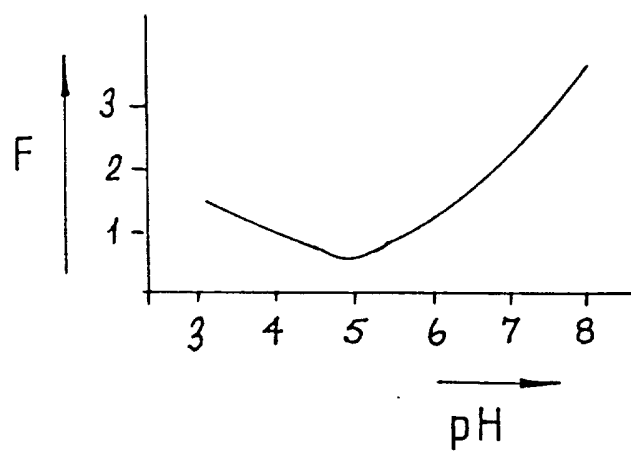
8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že se po usušení suchý podlouhlý člen bělí v bělicí lázni o pH nad 8,5.

9. Způsob podle některého z nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že podlouhlým členem je vlákno.

1 výkres



obr. 1



obr. 2

Konec dokumentu