



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 45713

Kl. 12 o, 6

Jeleniogórskie Zakłady Celulozy i Włókien Sztucznych*)

Jelenia Góra, Polska

Sposób wytwarzania łatwo filtrującej się wiskozy

Patent trwa od dnia 23 grudnia 1960 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania łatwo filtrującej się wiskozy z alkalicelulozy przy produkcji włókien sztucznych.

Wytwarzanie wiskozy polega na napojeniu celulozy ługiem sodowym, na ewentualnym odprasowaniu nadmiaru ługu, na dojrzewaniu wytworzonej alkalicelulozy, na siarczowaniu tej ostatniej dwusiarczkiem węgla i wreszcie na rozpuszczeniu wytworzonego ksantogenu celulozowego. Otrzymaną w ten sposób wiskożę filtruje się i poddaje dojrzewaniu przed procesem wytwarzania włókna. Podczas filtrowania wiskozy oddzielają się zanieczyszczenia mechaniczne oraz żele, których ilościowa zawartość w wiskozie poddawanej filtrowaniu w decydujący sposób wpływa na łatwość sączenia, na wydajność aparatury i na wysokość strat wiskozy.

Wobec powyższego dąży się przy wytwarzaniu wiskozy do otrzymywania jej w postaci łatwo filtrującej się przy jednoczesnym zużyciu jak najmniejszej ilości dwusiarczku węgla i ługu sodowego.

Żele, wytwarzające się w procesie otrzymywania wiskozy, stanowią alkalicelulozę nieprereagowaną w dostatecznym stopniu z dwusiarczkiem węgla oraz skoagulowany ksantogenian.

Dobra przesączalność wiskozy, a zatem jak najmniejsza ilość tworzącego się żelu w wiskozie, jest zależna od odpowiedniego doboru temperatury masy reakcyjnej, czasu reakcji siarczowania oraz od temperatury rozpuszczalnika doprowadzanego do ksantogenu w czasie jego rozpuszczania.

Do wytwarzania wiskozy z alkalicelulozy stosuje się alkalicelulozę o temperaturze 18–30°C, przy czym alkalicelulozę traktuje się dwusiarczkiem węgla, emulsją dwusiarczku w ługu sodowym lub też równocześnie dwusiarczkiem węgla i ługiem sodowym.

Przy stosowaniu metody klasycznej alkalicelulozę o wysokim stopniu odprasowania i o tem-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Stefan Jabłoński, Stanisław Kacprzak, inż. Antoni Lipiński, mgr Marian Sobolewski, mgr Wiesław Podolak i mgr Mieczysław Makowski.

temperaturze 18–22°C traktuje się dwusiarczkiem węgla. W czasie siarczowania przestrzega się, aby temperatura masy reakcyjnej nie przekraczała 28°C. Czas siarczowania trwa około 75–80 minut. Wytworzony ksantogenuan rozpuszcza się w rozcieńczonym ługu sodowym lub w wodzie o temperaturze pokojowej lub nieco niższej w czasie około stu minut. Po rozpuszczeniu otrzymuje się wiskozę o dużej zawartości żeli, trudno filtrującą się.

Znane jest również traktowanie alkalicelulozy o temperaturze podwyższonej do 30°C emulsją dwusiarczku węgla w ługu sodowym lub mieszaniną dwusiarczku węgla i ługu sodowego, przy czym przestrzega się, aby temperatura masy reakcyjnej podczas siarczowania oraz rozpuszczania ksantogenuanu pozostawała niezmienna, czyli aby proces przebiegał izotermicznie. Ponieważ proces rozpuszczania się ksantogenuanu jest egzotermiczny, utrzymywanie niezmienną temperatury osiąga się przez dozowanie rozpuszczalnika o temperaturze pokojowej lub nawet nieco wyższej. Stosowanie tak wysokiej temperatury rozpuszczalnika z jednej strony wpływa korzystnie na proces siarczowania, z drugiej strony natomiast wpływa ujemnie na proces rozpuszczania się ksantogenuanu, wskutek powstawania żelu. Przy stosowaniu tych metod wytworzona wiskoza posiadająca nawet małą lepkość jest jednak trudno przesączalna.

Stwierdzono, że uzyskuje się wiskozę łatwo filtrującą się o małej zawartości żelu, stosując wyższą temperaturę procesu siarczowania alkalicelulozy i rozpuszczając tworzący się ksantogenuan w rozpuszczalniku o niskiej temperaturze.

Sposób według wynalazku polega na tym, że alkalicelulozę o stopniu polimeryzacji 250–450 i o temperaturze 27–38°C przy zawartości celulozy 22–30% i wodorotlenku sodowego 16–18%, traktuje się dwusiarczkiem węgla w ilości 32–36% wagowych w stosunku do wagi celulozy, przy czym temperatura masy reakcyjnej wzrasta samorzutnie. Z chwilą kiedy masa reakcyjna osiągnie temperaturę 32–42°C, jeszcze przed zakończeniem siarczowania dodaje się do niej rozpuszczalnika o temperaturze poniżej 8°C w ilości takiej, aby stosunek wagowy rozpuszczalnika do wagi celulozy wynosił 1:1, a następnie po dalszym samorzutnym wzroście temperatury do 35–45°C dodaje się dalszą ilość rozpuszczalnika również o temperaturze poniżej 8°C dozowaną tak, aby temperatura masy

reakcyjnej stopniowo opadała, aż do osiągnięcia pożądanego stężenia wiskozy.

Jako rozpuszczalnika wytwarzającego się ksantogenuanu używa się wody lub rozcieńczonego ługu sodowego, przy czym jest rzeczą korzystną stosowanie rozpuszczalnika o temperaturze 1–4°C.

Przykład I. 3.700 kg alkalicelulozy, o stopniu polimeryzacji około 370, o temperaturze 36°C i zawierającej 26% wagowych celulozy oraz 17,2% wagowych NaOH zrasza się w gniotowniku 350 kg dwusiarczku węgla w ciągu około 10 minut. Podczas mieszania masy reakcyjnej w gniotowniku jej temperatura wzrasta samorzutnie i po osiągnięciu 37–38°C, co następuje po upływie mniej więcej 15 minut, dodaje się do niej przy ciągłym mieszaniu, 1000 l wody o temperaturze 3°C w ciągu 5 minut. Podczas dodawania rozpuszczalnika temperatura masy reakcyjnej najpierw opada, a następnie samorzutnie wzrasta i po osiągnięciu 44–45°C, co następuje w czasie około 15 minut, dodaje się do niej stopniowo 7.700 l wody o temperaturze 3°C tak, aby uzyskać równomierny spadek temperatury masy reakcyjnej do około 18°C. Czas dozowania wody wynosi około 50 minut.

W ten sposób wytworzona wiskoza o lepkości około 75 sek, posiada $KW \approx 100$.

Przy stosowaniu znanych metod wytwarzania wiskozy przy tej samej lepkości = 75 sek. jej KW wynosi ≈ 200 .

Przykład II. 3.700 kg alkalicelulozy, o stopniu polimeryzacji około 370, o temperaturze 28°C i zawierającej 26% wagowych celulozy oraz 17,2% NaOH, zrasza się w gniotowniku 350 kg dwusiarczku węgla w ciągu około 10 minut. Podczas mieszania masy reakcyjnej w gniotowniku jej temperatura wzrasta samorzutnie i po osiągnięciu 32–33°C, co następuje po upływie 20 minut, dodaje się do niej przy ciągłym mieszaniu 1000 l wody o temperaturze 4°C w ciągu 5 minut. Podczas dozowania rozpuszczalnika temperatura masy reakcyjnej najpierw opada, a następnie samorzutnie wzrasta. Po osiągnięciu temperatury 36–37°C, co następuje po upływie 20 minut, do masy reakcyjnej dodaje się stopniowo 7.700 l wody o temperaturze 4°C, tak aby uzyskać równomierny spadek temperatury masy reakcyjnej do około 18°C.

Czas dozowania wody wynosi około 55 minut.

W ten sposób wytworzona wiskoza o lepkości 75 sek. posiada $KW \approx 100$.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku czas wytwarzania wiskozy z alkaliceleulozy wynosi około 120 minut, co stanowi znaczne skrócenie tego czasu w porównaniu z czasem niezbędnym przy stosowaniu znanych metod. Skrócenie czasu wynosi około 30%.

Poza tym osiąga się znaczne zmniejszenie ilości odpadów na prasach filtracyjnych, jak również wydajność tych ostatnich znacznie wzrasta.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania łatwo filtrującej się wiskozy z alkaliceleulozy o stopniu polimeryzacji 250—450, o temperaturze 27—38°C, o zawartości 16—18% NaOH i o zawartości 22—30% wagowych celulozy, przez traktowanie alkaliceleulozy dwusiarczkiem węgla, i rozpuszczenie tworzącego się ksantogenianu w rozpuszczalniku, znamieny tym, że alkaliceleulozę traktuje się dwusiarczkiem węgla, po czym po samorzutnym podniesieniu się temperatury masy reakcyjnej do 42°C, jeszcze przed zakończeniem procesu siarczkowa-

nia dodaje się do niej rozpuszczalnika o temperaturze poniżej 8°C, a po dalszym samorzutnym wzroście temperatury masy reakcyjnej do 45°C dodaje dalszą ilość rozpuszczalnika o temperaturze poniżej 8°C tak, aby temperatura masy reakcyjnej spadała równomiernie, aż do uzyskania pożądanego stężenia wiskozy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się rozpuszczalnik korzystnie o temperaturze 1—4°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 3, znamieny tym, że do masy reakcyjnej przed zakończeniem procesu siarczkowania dodaje się taką ilość rozpuszczalnika, aby stosunek ciężaru jego do ciężaru celulozy zawartej w masie reakcyjnej wynosił 1:1.

Jeleniogórskie Zakłady Celulozy
i Włókien Sztucznych

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy