



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 48099

Kl. 29 b, 3/70  
Kl. internat. D 01 f

Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych\*)

Łódź, Polska

### Sposób otrzymywania wodnych roztworów przedziałniczych polialkoholu winylowego

Patent trwa od dnia 15 marca 1963 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania wodnych roztworów przedziałniczych polialkoholu winylowego.

Otrzymywanie wodnych roztworów przedziałniczych z polialkoholu winylowego według znanych metod polega na tym, że odmierzone ilości polialkoholu winylowego i wody ogrzewa się w zbiorniku zaopatrzonym w mieszadło do temperatury 90—95°C i miesza w ciągu około 5 godzin, po czym roztwór ten filtruje się i w drugim zbiorniku poddaje odpowietrzaniu przez odstawianie. Odpowietrzony roztwór przedziałniczy następnie filtruje się ponownie i przesyła do zbiornika przedzarki.

\*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Wacław Sopiela, mgr Marian Sobolewski, mgr Edward Maśłowski, mgr inż. Zbigniew Rybicki i mgr inż. Jerzy Cypriak.

Opisany wyżej znany sposób otrzymywania roztworów przedziałniczych jest sposobem periodycznym i posiada szereg istotnych wad. Do najważniejszych zaliczyć można tworzenie się trudno rozpuszczalnych kożuchów i błon na powierzchni roztworu i na ściankach zbiorników, żelowanie roztworów w nieogrzewanych przewodach rurowych na skutek obniżania się temperatury poniżej 50°C i zatykanie tych przewodów oraz duży rozrzut lepkości poszczególnych partii roztworu. Tworzenie się trudno rozpuszczalnych kożuchów spowodowane jest odparowywaniem rozpuszczalnika (wody) z powierzchni roztworu w zbiornikach mających swobodny kontakt z powietrzem. Błony polimeru powstają na skutek intensywnego odparowywania wody z cienkiej warstwy roztworu, pozostałej po opróżnieniu zbiorników. Ponowne napełnienie ich powoduje rozmiękczenie błon i częściowe przejście do roztworu w postaci trudno rozpuszczalnych galaretowatych żeli.

Powstające żele w znacznym stopniu utrudniają filtrację i stwarzają konieczność częstej wymiany okładów filtracyjnych. Część żeli przeciśnięta przez filtry zakłóca proces przedzenia oraz ujemnie wpływa na jednorodność włókna.

Odpowietrzenie lepkiego roztworu przedzalniczego przez odstawanie przebiega bardzo powoli i trwa zwykle do kilkunastu godzin.

Ścisłe utrzymywanie parametrów w procesie otrzymywania roztworów przedzalniczych jest rzeczą bardzo utrudnioną przy otrzymywaniu roztworów systemem periodycznym, co pociąga za sobą stosunkowo duży rozrzut lepkości tychże roztworów i ich własności reologiczne.

Przewodnią myślą wynalazku jest wyeliminowanie wad opisanych wyżej sposobów otrzymywania wodnych roztworów przedzalniczych polialkoholu winylowego przez zastosowanie sposobu ciągłego z jednoczesnym znacznym skróceniem czasu przebiegu procesu technologicznego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do zbiornika zaopatrzonego w mieszadło wprowadza się ciągłe dozowane ilości polialkoholu winylowego oraz wody i ogrzewa w nim mieszaninę do temperatury 90—95°C w ciągu od 15 minut do 5 godzin, a wypływający z tego zbiornika roztwór, zawierający jeszcze część niecałkowicie rozpuszczonego polialkoholu winylowego wprowadza bezpośrednio do autoklawu, ewentualnie zaopatrzonego w mieszadło wolnoobrotowe i ogrzewanego do temperatury 101—160°C. Ciśnienie w autoklawie jest zależne od prężności pary wodnej w danej temperaturze, a czas przepływu roztworu przez autoklaw jest zależny od jakości polimeru oraz stosowanej w nim temperatury i wynosi od 30 minut do 3 godzin. Z autoklawu otrzymywany roztwór bezpośrednio wprowadza się do zbiornika odpowietrzającego, w którym panuje ciśnienie niższe od ciśnienia w autoklawie, przy czym powoduje to wrzenie roztworu i łatwe jego odpowietrzanie. Tak otrzymywany roztwór przedzalniczy następnie poddaje się ciągłej filtracji i przesyła poprzez zbiornik buforujący do przedzarki, dzięki czemu cały proces otrzymywania roztworu przedzalniczego przebiega sposobem ciągłym bez dostępu powietrza.

W zależności od stopnia polimeryzacji polialkoholu winylowego, jego stosunek ilościowy do wody dobiera się zwykle tak, aby wytworzony roztwór przedzalniczy posiadał wymaganą lepkość 300—5000 cp w temperaturze 70°C.

Ponieważ przy stosowaniu w autoklawie wyższych temperatur przy przepompowywaniu do zbiornika odpowietrzającego następuje zbyt rap-

towne wrzenie, połączone z nadmiernym pienieniem się roztworu i jego nadmierne zateżnienie, jest rzeczą wskazaną w tych przypadkach stopniowe obniżenie ciśnienia roztworu przedzalniczego wypływającego z autoklawu przez przepuszczanie roztworu przez kilka zbiorników odpowietrzających, w których panuje stopniowo zmniejszające się ciśnienie.

Aby uniemożliwić dostęp powietrza do zbiorników odpowietrzających, należy w nich zawsze utrzymywać ciśnienie powyżej ciśnienia atmosferycznego.

Podczas przepływu roztworu przez autoklaw, w którym panuje temperatura 101—160°C, następuje zjawisko wstępnej krystalizacji polialkoholu, co wpływa bardzo korzystnie na mechaniczne własności włókna.

Przy stosowaniu ciągłego procesu otrzymywania wodnego roztworu przedzalniczego z polialkoholu winylowego sposobem według wynalazku, ścisłe utrzymywanie parametrów tego procesu jest znacznie ułatwione, dzięki czemu otrzymywane roztwory są zupełnie pozbawione żeli i odznaczają się dużą jednorodnością.

Włókna formowane z roztworów przedzalniczych otrzymywanych sposobem według wynalazku charakteryzują się większą krystalicznością, dzięki czemu włókna te mają zwiększoną wytrzymałość mechaniczną.

**Przykład.** Do zbiornika o pojemności 10 l, zaopatrzonego w mieszadło, podaje się od góry, w sposób ciągły sproszkowany polialkohol winylowy z wydajnością 16 g/min. i wodę (zawierającą ewentualnie dodatki polepszające koagulację roztworu) z wydajnością 86 ml/min. W zbiorniku stale jest utrzymywana temperatura 90°C. Wypływający ze zbiornika roztwór zawierający jeszcze część niecałkowicie rozpuszczonego polimeru przetłacza się przy pomocy pompki z szybkością 100 ml/min do autoklawu o pojemności 10 l. Roztwór podawany jest do autoklawu rurą wlotową od góry. Przepływający przez autoklaw roztwór ogrzewany jest do temperatury 110—115°C pod ciśnieniem odpowiadającym prężności pary wodnej w tej temperaturze. Przez rurę wylotową umieszczoną w dnie autoklawu otrzymany roztwór ciągle jest pobierany przy pomocy pompki i przetłaczany z prędkością 100 ml/min. do zbiornika odpowietrzającego, w którym utrzymuje się temperaturę 100—102°C. Niższe ciśnienie panujące w zbiorniku odpowietrzającym powoduje wrzenie przetłaczanego z autoklawu roztworu, z którego wraz z parą wodną ulatnia się powietrze. Odpowietrzony roztwór przetłaczany jest z tą samą

szybkością do zbiornika buforującego, a stąd podawany jest na prasę filtracyjną połączoną bezpośrednio z pompką przedzarki, której wydajność jest taka sama jak prędkość przetłaczania roztworów w aparaturze.

Niżej podane są własności mechaniczne włókien wyprzędzonych z roztworów otrzymanych metodą ciągłą sposobem według wynalazku i dla porównania metodą periodyczną. Włókno formowano według znanej metody przez koagulację w kąpeli z nasyconego roztworu  $Na_2SO_4$ .

| Sposób otrzymywania roztworów przedzalniczych | wytrzymałość włókna (G/den) | Wydłużenie (%) |
|-----------------------------------------------|-----------------------------|----------------|
| Ciągły                                        | 5,5 — 6,0                   | 18 — 20        |
| Periodyczny                                   | 4,0 — 4,8                   | 18 — 25        |

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania wodnych roztworów przedzalniczych polialkoholu winylowego, przez rozpuszczenie polialkoholu winylowego w postaci proszku w wodzie ogrzanej do temperatury 90—95°C, znamieny tym, że do zbiornika zaopatrzonego w mieszadło i ogrzewanego do temperatury 90—95°C ciągle wpro-

wadza się dozowane ilości wody oraz sproszkowanego polialkoholu winylowego, a wypływający z tego zbiornika roztwór zawierający jeszcze część niecałkowicie rozpuszczonego polialkoholu winylowego przepompowuje się ciągle do autoklawu, ewentualnie zaopatrzonego w mieszadło wolnoobrotowe i ogrzewanego do temperatury 101—160°C, przy czym roztwór ten przepływa przez autoklaw w ciągu od 30 minut do 3 godzin, a wypływający z autoklawu roztwór poddaje się odpowietrzaniu przez wprowadzanie go do zbiornika odpowietrzającego, w którym utrzymuje się ciśnienie niższe od ciśnienia w autoklawie, odpowietrzony zaś roztwór przedzalniczy filtruje i przesyła poprzez zbiornik buforujący do przedzarki.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że proces odpowietrzania przeprowadza się w kilku zbiornikach odpowietrzających, w których utrzymuje się ciśnienie stopniowo zmniejszające się, lecz zawsze wyższe od ciśnienia atmosferycznego.

Instytut Włókien Sztucznych  
i Syntetycznych  
Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło  
rzecznik patentowy