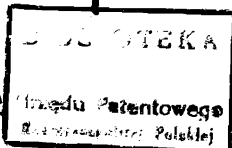


Warszawa, dnia 15 czerwca 1953 r.



0017 5/06



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35346

Kl. 29 b, 3/57

Imperial Chemical Industries Limited

(Londyn, Wielka Brytania)

Sposób nadawania nierozpuszczalności sztucznym produktom włóknistym

Udzielono patentu z mocą od dnia 10 września 1948 r.

Pierwszeństwo: 6 października 1947 r. (Wielka Brytania)

Wynalazek dotyczy nowego ulepszanego sposobu nadawania nierozpuszczalności sztucznym włóknom, włóknom, niciom i tym podobnym produktom włóknistym, przedzonym z roztworów białkowych, przede wszystkim produktom otrzymywanym przez przedzenie roztworów globulin z nasion roślinnych, zwłaszcza białka z orzechów ziemnych, albo fosforoprotein, np. kazeiny, w wodnych roztworach alkaliów albo innych odpowiednich wodnych środowiskach rozpuszczalnikowych do zakwaszonych kąpieli koagulujących. W praktyce najodpowiedniejszymi kąpielami koagulującymi są zlekka zakwaszone kwasem siarkowym roztwory siarczanu sodu.

Produkty włókniste, wychodząc z kąpieli koagulującej, są jeszcze łatwo rozpuszczalne w rozcieńczonych roztworach solnych. Można im nadać nierozpuszczalność w rozcieńczonych roztworach solnych oraz w zimnej wodzie za pomocą utwardzania (hartowania) aldehydem mrówkowym, lecz aby nadać takim produktom przydatność w charakterze materiałów włókienniczych, należy je również uodpornić na działanie

wrzającej wody tak, żeby można je było suszyć bez obawy sklejania, a dalej na działanie gorących rozcieńczonych kwaśnych roztworów takich, jakie się stosuje przy wprowadzaniu barwników kwaśnych na wełnę oraz gorących rozcieńczonych roztworów alkalicznych takich, jakie się stosuje podczas prania.

Pomimo że opisano szereg procesów nadawania nierozpuszczalności sztucznym produktom przedzenia z białka, nadającym się do wymienionego celu, to jednakże najlepszy sposób nadania nierozpuszczalności oraz najlepszych fizycznych właściwości i ochronę przed sklejeniem indywidualnych włókienek osiągnąć dotychczas, stosując mocno słony roztwór aldehydu mrówkowego, zawierający nie mniej, niż 30 części chlorku sodu na 100 części wagowych wody, zakwaszony dostateczną ilością kwasu solnego albo siarkowego, aby doprowadzić pH poniżej 1. Taką kąpiel opisano w patencie angielskim nr 513910. Koagulujące roztwory, wychodzące wraz z włóknkami z kąpieli koagulującej, sphukuje się zwykle za pomocą traktowania

włókienek roztworem chlorku sodu przed wprowadzeniem ich do wyżej wspomnianego roztworu, nadającego nierozpuszczalność.

Nadawanie nierozpuszczalności za pomocą wyżej wspomnianego zakwaszonego roztworu soli z aldehydem mrówkowym wymaga zresztą utrzymywania produktu włóknistego w zetknięciu z roztworem nadającym nierozpuszczalność przez długotrwały okres czasu, nawet w podniesionej temperaturze, np. 18 godzin w temperaturze 38° C, i tego okresu obróbki nie można skrócić stosując znacznie wyższe temperatury, ponieważ luźne włókienka lub nici, wykazują skłonność do sklejaną się w tych wyższych temperaturach zamiast pozostawać w stanie luźnym.

W patencie angielskim nr 597497 zastrzeżono sposób nadawania nierozpuszczalności sztucznym produktom włóknistym, otrzymanym przez przedzenie roztworów globulin z nasion roślinnych, np. włókien z białek orzeszków ziemnych albo fosforoprotein, np. kazeiny w wodnych roztworach alkalicznych, albo innych odpowiednich wodnych rozpuszczalnikach do odpowiednio zakwaszonych sołnych kąpieli koagulujących, polegający na traktowaniu wspomnianych produktów włóknistych w wodnej kąpeli aldehydu mrówkowego nasyconej chlorkiem sodu i siarczanem sodu, albo też zarówno chlorkiem sodu, jak i siarczanem magnezu przy $\text{pH}=4-6$ oraz w temperaturze nie przekraczającej 60° C. Produkt włóknisty traktuje się następnie wodną kąpielą aldehydu mrówkowego mocno zakwaszoną kwasem siarkowym i nasyconą siarczanem sodu lub siarczanem magnezu w zastosowanej temperaturze, przy czym tak mocno zakwaszona kąpiel formaldehydowa ma temperaturę podwyższoną.

Stwierdzono tam, że jeżeli kąpiel formaldehydowa o $\text{pH}=4-6$ jest nasycona zarówno chlorkiem sodu, jak i siarczanem sodu, wtedy mocno zakwaszona kąpiel formaldehydowa powinna być korzystnie nasycona siarczanem sodu, jeżeli zaś kąpiel formaldehydowa o $\text{pH}=4-6$ jest nasycona zarówno chlorkiem sodu, jak i siarczanem magnezu, to mocno zakwaszona kąpiel formaldehydowa powinna być najlepiej nasycona siarczanem magnezu.

W patencie tym stwierdzono również, że jeżeli temperatura pierwszej kąpieli wynosi 50° C, to wystarczy czas obróbki około 5 minut, jeżeli zaś temperatura jest około 40° C, to potrzeba 8—15 minut. Stwierdzono również, że jeżeli temperatura drugiej kąpieli wynosi około 70° C, to czas potrzebny do obróbki wynosi zwykle w przybliżeniu od 10 do 15 minut.

Obecnie wykryto, że jeżeli roztwór aldehydu mrówkowego przy $\text{pH}=4-6$ nasycony chlor-

kiem sodowym wykazuje temperaturę pomiędzy 60° a 70° C, a obróbkę prowadzi się, przesuwając materiał przez strumień roztworu wzdłuż rury o odpowiedniej średnicy, najlepiej ukształtowanej w spiralne węzownice, to roztwór nie potrzebuje być nasycony siarczanem sodu, oraz że czas potrzebny do obróbki wynosi zaledwie około pół do jednej minuty. Wykryto również, że jeżeli wodny roztwór aldehydu mrówkowego, mocno zakwaszony kwasem siarkowym i nasycony siarczanem sodu lub siarczanem magnezu w stosowanej temperaturze tak samo, jak w patencie nr 597497, wykazuje temperaturę około 95° C, a obróbkę prowadzi się podobnie w strumieniu tego roztworu, przepuszczając go przez spiralną rurę, to potrzebny czas obróbki wynosi zaledwie 2 minuty.

Zgodnie z wynalazkiem sposób nadawania nierozpuszczalności sztucznym produktom włóknistym, otrzymanym przez przedzenie roztworu globulin z nasion roślinnych, np. białek z orzeszka ziemnego albo fosforoprotein, np. kazeiny w wodnym roztworze alkaliów albo innych wodnych rozpuszczalnikach do zakwaszonych kąpieli koagulujących, obejmuje prowadzenie produktów włóknistych oraz wodnego roztworu aldehydu mrówkowego nasyconego względem chlorku sodowego i zawierającego siarczan sodu lub siarczan magnezu przy $\text{pH}=4-6$, w temperaturze najlepiej leżącej w pobliżu 70° C, przez kanał rurowy najlepiej wykonany w postaci węzownicy albo spirali, po czym tak obrobiony produkt włóknisty i wodny roztwór aldehydu mrówkowego mocno zakwaszony kwasem siarkowym i nasycony siarczanem sodu lub magnezu w użytej temperaturze (przy czym wspomniany mocno zakwaszony roztwór aldehydu mrówkowego utrzymuje się w podwyższonej temperaturze, najlepiej około 95° C) przepuszcza się przez inny kanał rurowy, również najlepiej wykonany w postaci spiralnej węzownicy.

Jeżeli kanał jest prosty, to ciecz obróbkowa przechodzi przezeń najlepiej strumieniem wzburzonym. Ciecz obróbkowa przepływa zawsze przez kanał rurowy co najmniej z taką szybkością, aby podczas swego przejścia przesuwiała produkty włókniste.

Kanał rurowy może być całkowicie zanurzony w kąpeli wodnej o takiej temperaturze, żeby krążąca ciecz w kanale była utrzymywana we wskazanej temperaturze, co zapobiega ostygnięciu i związanej z tym krystalizacji soli mogącej spowodować uszkodzenie włókien.

Wiązkę włókien prowadzi się najlepiej przez kanał rurowy, umieszczając lejek u wlotu do kanału. Ciecz obróbkową kieruje się do tego lejka, po czym spływa ona dzięki swemu cięża-

rowi przez wspomniany kanał. Przepływ cieczy z lejka do kanału rurowego dostarcza niezbędnego impulsu do porwania wiązki włókien do przelotu rurowego. Okazało się korzystne zastosowanie rury przelewowej z lejka do zbiornika cieczy obróbkowej, aby utrzymać stałe warunki przepływu w kanale rurowym.

Wynalazek zilustrowano dalej za pomocą przykładu, w którym części oznaczają części wagowe z wyjątkiem tych miejsc, gdzie wskazano inaczej, oraz w związku z załączonym schematycznym rysunkiem.

Przykład: Dojrzały roztwór globuliny z orzeszków ziemnych w wodorotlenku sodu, powstały z roztworu, zawierającego 25 części globuliny orzeszka ziemnego, 1,25 części wodorotlenku sodu, 1,0 części siarczanu sodu i 72,75 części wody wytłacza się przez przedzarkę 1 do kąpieli koagulującej 2, zawierającej 200 g/l siarczanu sodu i 20 g/l kwasu siarkowego. Otrzymaną wiązkę włókienek 3 zbiera się na krążkach 4, posiadających szybkość obwodową 30 m/min. i wyciąga się przez przepuszczanie przez krążki 5, obracające się z szybkością obwodową 45 m/min.

Wiazkę 3 prowadzi się następnie przy naprężeniu na rolkę 6, umieszczoną pionowo ponad linią środkową wgłębienia koryta pierścieniowego 7, zgodnie ze sposobem, opisanym w patencie brytyjskim nr 623460, przez urządzenie 8 poruszające się tam i z powrotem co najmniej o 91 cm powyżej powierzchni cieczy w korycie i w ten sposób wprowadza się wiązkę do koryta, w którym włókno układa się w sposób zygzakowaty. To koryto pierścieniowe składa się ze stałej części środkowej o średnicy 61 cm, szerokości 15 cm i głębokości 10 cm i jest wytworzone z miękkiej stali. Koryto pierścieniowe zawiera podstawę z siatki drucianej 9 i obraca się w korycie okrągłym 10 o średnicy zewnętrznej 103 cm, średnicy wewnętrznej 19 cm i głębokości 15 cm, również z miękkiej stali, zaopatrzonym w dającą się przystosować zastawkę tak, iż wysokość cieczy w korycie można dowolnie zmieniać. Koryto pierścieniowe zawiera nasycony roztwór chlorku sodu o temperaturze 20°C i pH=5,0. Wiaźka 3 opada na podstawę 9 koryta 7 i prowadzona jest wokół przez koryto 7, wykonujące jeden obrót w ciągu 4,5 minut. Wiazkę 3 podnosi się nie mniej, niż o 7,5 cm od siatki, a następnie rozciąga pomiędzy dwiema rolkami 11 i 12, których szybkości obwodowe wynoszą odpowiednio 35 i 52 m/min.

Po rozciągnięciu wiaźka 3 przechodzi po krążku 13, umieszczonym pionowo ponad środkową linią wlotu 14 pionowo umieszczonej węzownicy

spiralnej 15 o długości 18,3 — 37,6 m oraz o średnicy 122 cm. Przez tę węzownicę przechodzi roztwór nasycony chlorku sodu o temperaturze 70°C i zawierający w litrze 20 g siarczanu sodu i 2% aldehydu mrówkowego. Temperatura tego roztworu wynosi 72°C, zaś pH=5,0. Czas przejścia wiaźki 3 przez tę węzownicę wynosi pół do jednej minuty. Wiaźka 3 zbierana jest na krążek 16, umieszczony prostopadle powyżej wylotu pionowo umieszczonej węzownicy. Wiaźka 3 przechodzi dalej pomiędzy dwoma krążkami 17 i 18, których szybkości obwodowe wynoszą odpowiednio 40 i 45 m/min. Następnie wiaźka 3 wchodzi do wlotu 19 długiej pionowo umieszczonej węzownicy 20 o długości 45,7 m oraz o średnicy 122 cm, przez którą to węzownicę przepływa ciecz obróbkowa, złożona z nasyconego w temperaturze 95°C roztworu siarczanu sodu, 275 g/l kwasu siarkowego i 2% aldehydu mrówkowego. Temperatura tej cieczy wynosi 95°C, zaś pH jest mniejsze od 0. Czas przejścia wiaźki przez tę węzownicę 20 wynosi 1—2 minut. Po wyjściu z wylotu węzownicy 20 wiaźka 3 przechodzi na krążek 21 i podlega płukaniu i suszeniu jakąkolwiek metodą.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób nadawania nierozpuszczalności sztucznym produktom włóknistym, otrzymywanym przez przedzenie roztworów globulin z nasion roślin, np. białka z orzeszków ziemnych albo fosforoprotein, np. kazeiny w wodnym roztworze alkaliów, albo innym wodnym roztworze do zakwaszonych koagulujących kąpieli solnych, znamieny tym, że produkty włókniste skoagulowane oraz wodny roztwór formaldehydu, nasycony chlorkiem sodu i zawierający siarczan sodu albo siarczan magnezu przy pH=4 — 6, prowadzi się przez kanał rurowy, a następnie tak obróbiony produkt włóknisty i wodny roztwór formaldehydu mocno zakwaszony kwasem siarkowym i nasycony siarczanem sodu albo siarczanem magnezu, w zastosowanej temperaturze prowadzi się przez drugi kanał rurowy, przy czym wspomniany mocno zakwaszony roztwór aldehydu mrówkowego znajduje się w podwyższonej temperaturze.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się kanał rurowy, mający postać spirali albo węzownicy.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że stosuje się wodny roztwór aldehydu mrówkowego nasycony chlorkiem sodu i zawierający siarczan sodu albo siarczan ma-

gnezu przy $\text{pH}=4-6$, o temperaturze około 70°C .

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że stosuje się wodny roztwór aldehydu mrówkowego mocno zakwaszony kwasem siarkowym i nasycony siarczanem sodu albo siarczanem magnezu w temperaturze zbliżonej do 95°C .

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamienny tym, że jeżeli kanał rurowy jest prosty, to ciecz prowadzi się przezeń w takich warunkach, iż strumień jej jest burzliwy.

Imperial Chemical
Industries Limited

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

