

URZĄD PATENTOWY
w WARSZAWIE 201f, 3/00
OPIS PATENTOWY

Nr 30542

Kl. 29 b, 3/01

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

**Sposób przygotowywania roztworu celulozowego do wytwarzania nici, błon i podobnych
wyrobów oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu**

Zgłoszono 1 sierpnia 1939

Udzielono 23 kwietnia 1942

Pierwszeństwo: 30 sierpnia 1938 (Niemcy)

Celulozę można rozpuszczać w kwasach mineralnych, np. w kwasie siarkowym lub fosforowym, i z roztworów tych wyrabiać nici lub błony. Roztwory celulozy w mocnych kwasach mineralnych różnią się od innych znanych roztworów celulozy, np. w amoniakalnym roztworze tlenku miedzi, lub w roztworze zasad czwartorzędowych, jak również od wiskozy, znacznie większą lepkością przy tej samej zawartości celulozy oraz szybką odbudową, jakiej ulega celuloza w tych roztworach.

Współdziałanie obydwóch tych właściwości utrudnia bardzo wytwarzanie i przeróbkę dających się stosować roztworów przedziałniczych. Ze względu na znaczną lepkość mieszanie masy aż do osiągnięcia

jednolitości postępuje wyjątkowo wolno i to tym wolniej, im większy jest ładunek masy. Odpowietrzanie masy o znacznej lepkości jest w ogóle niemożliwe. Jeżeli roztwór jest wytworzony w ugniataczu próżniowym, to nie można go przeprowadzić do kotła przedziałniczego nie wprowadzając przy tym do roztworu nowych ilości powietrza. Z drugiej strony przy znacznej szybkości odbudowy roztworów byłoby właśnie pożądane możliwie największe skrócenie czasu rozpuszczania oraz czasu potrzebnego do obróbki.

Mianowicie przez utrzymywanie niskich temperatur można hamować odbudowę rozpuszczonej celulozy, jednak i to ma swe granice ze względów technicznych, pomija-

jąc już nawet względy gospodarcze, gdyż wraz z obniżaniem temperatury roztwory stają się jeszcze bardziej lepkie.

Proponowano już zmniejszać szybkość odbudowy rozpuszczonej celulozy w ten sposób, że po rozpuszczeniu celulozy stężenie kwasu rozpuszczającego obniża się przez dodanie słabego kwasu lub innego rozpuszczalnika, aby otrzymać stężenie mniejsze od stężenia niezbędnego do rozpuszczania włókien celulozy. Pomijając to, że w ten sposób zawartość celulozy w roztworach obniża się w niepożądaną mierze, odbudowa celulozy także i w tych roztworach postępuje znacznie szybciej, niżby powinna postępować sądząc z krzywej lepkości roztworu.

Przy przerabianiu w zwykły sposób ładunków następujących jeden po drugim zachodzą przeto te niedogodności, że roztwory wykazują już z góry niepożądaną odbudowę celulozy i że stopień odbudowy roztworu zmienia się silnie od chwili rozpoczęcia przerabiania ładunku aż do końca i przy rozpoczynaniu obróbki następnego ładunku następuje skok. Ponadto, ze względu na ogromną lepkość z kotła przedziałniczego nie można usuwać kolejno po sobie poszczególnych ładunków z wystarczającą dokładnością, lecz reszty poprzednich ładunków, odpowiednio mocno wyrobione, mieszają się ze świeżym ładunkiem tak, że roztwór zmienia ciągle swe właściwości, przez co oczywiście uniemożliwia się wytwarzanie równomiernych produktów. Oprócz tego prawie niemożliwe jest wytwarzanie roztworów wolnych od powietrza.

Wszystkie te niedogodności usuwa wynalazek niniejszy. Wynalazek jest oparty na znanej właściwości celulozy bardzo silnego pęcznienia pod działaniem kwasów mineralnych o określonych stężeniach, dzięki czemu wiązanie włókien tak się rozluźnia, że powstaje włóknista zawieszina w rodzaju pasty, którą można łatwo przeprowadzić za pomocą pomp, ślimaków, tłoków

itd. Z drugiej strony na podstawie prób ustalono, że w tej włóknistej zawieszinie odbudowa nierozpuszczonej celulozy następuje tak wolno, że nie odgrywa żadnej roli.

Według wynalazku niniejszego sposób ciągłego przerabiania roztworów celulozy w mocnych kwasach mineralnych polega na tym, że do zawiesiny celulozy w mocnym kwasie mineralnym, którego stężenie jest zbliżone do stężenia, przy którym następuje rozpuszczalność celulozy, ale jednak nie wystarcza do rozpuszczenia celulozy, dodaje się w drodze do dyszy przedziałniczej tyle mocnego kwasu mineralnego, że przy równomiernym mieszanii powstaje roztwór. Przy ciągłym równomiernym przesyłaniu naprzód pod ciśnieniem mieszanej zawiesiny, po dobrym przemieszaniu w znanych urządzeniach do mieszania, zachodzi bardzo prędko rozpuszczenie celulozy. Korzystnie jest włączyć do przewodu do dyszy przedziałniczej komorę do rozpuszczania, a ewentualnie także i drugą podobną komorę do ujednastajniania roztworu, po czym ewentualnie roztwór może przejść jeszcze przez urządzenie do sączenia, za którym bezpośrednio znajduje się dysza do wytwarzania nici lub błon.

Sposobem nieciągłym skutecznia się więc tylko ładowanie zawiesiny w stosunkowo małych ilościach, ponieważ w tym zabiegu, przy odpowiednim regulowaniu temperatury, np. w temperaturze 0°C, nie zachodzi żadne niebezpieczeństwo odbudowy celulozy. Przeciwnie przy wejściu zawiesiny do urządzenia w jednostce czasu rozpuszcza się właśnie tyle celulozy, ile rozpuszczonej celulozy wychodzi z urządzenia. Ponieważ rozpuszczanie celulozy odbywa się bardzo prędko, więc ilości roztworu znajdujące się w drodze mogą być bardzo małe. Całkowita np. pojemność urządzenia do rozpuszczania 100 kg celulozy w ciągu 24 godzin może nawet nie wynosić 5 litrów, jeżeli do rozpuszczania i ujednastajniania roztworu stosuje się komorę o pojemności

2 — 3 litrów. W ten sposób osiąga się, że od chwili rozpuszczenia cząsteczki celulozy, aż do jej wyjścia z urządzenia, upływa tylko kilka minut. Ten czas jest tak krótki, że przy miernym chłodzeniu, np. przy pracy w temperaturze 0°C, zachodzi bardziej nieznaczna odbudowa celulozy w kwasie siarkowym, niż np. przy technicznym wykonywaniu sposobu wiskozowego lub sposobu stosującego amoniakalny roztwór tlenku miedzi. Wobec tego zupełnie zbyteczne jest ustalanie roztworów, co zresztą, w przypadkach gdy jest to pożądane, można również stosować.

Jeżeli postępuje się tak, że odpowietrza się nie roztwór celulozy gotowy do przędzenia, lecz już zawieszinę celulozy w kwasie mineralnym, to otrzymuje się roztwory celulozy całkowicie wolne od powietrza, w których wtedy wskutek całkowitego wypełnienia przestrzeni masą niemożliwe jest tworzenie się na nowo bąbli powietrza.

Odpowietrzanie zawiesziny jest oczywiście tym gruntowniejsze i pedsze, im uboższe są zawiesziny w celulozę, przy tym samym stopniu spęcznienia zawiesziny celulozy. Do wielu celów pożądane są jednak roztwory właśnie o możliwie znacznej zawartości celulozy, przy których ładowaniu należy ograniczać ilość kwasu wywołującego spęcznienie. Ponieważ masy o minimalnej zawartości kwasu wywołującego spęcznienie są zbyt sztywne, więc w celu umożliwienia dobrego odpowietrzenia ich postępuje się w ten sposób, że zawieszinę traktuje się nadmiarem kwasu wywołującego spęcznienie i odpowietrza, po czym nadmiar kwasu usuwa się ponownie przez odcisnięcie w samej aparaturze przed wprowadzeniem masy do komory do rozpuszczania. Może to być dokonywane np. w ten sposób, że narząd przenoszący przed komorą do rozpuszczania stanowi ślimak wyciskający. Stopień wycisnięcia zależy od stopnia spęcznienia celulozy, który ze swej strony określa się znów przez stężenie kwasu, wywo-

lującego spęcznianie, i który np. przy stosowaniu kwasu siarkowego, zwłaszcza przy stężeniach 58 — 60% H_2SO_4 , silnie wzrasta.

Urządzenie do przeprowadzania sposobu według wynalazku niniejszego jest przedstawione schematycznie na rysunku.

Na fig. 1 cyfrą 1 oznaczono dwa jednokowe cylindry wytrzymałe na ciśnienie, wykonane z materiału odpornego na działanie kwasów i posiadające odejmowalne pokrywy 2. W każdym cylindrze przesuwany jest doszlifowany tłok 3 za pomocą tłoczyska 4, które w dolnej części stanowi śrubę. Pod pokrywą z cylindrem 1 połączony jest króciec z kurkiem 6 prowadzący do przewodu próżniowego. W celu uniknięcia zasysania powietrza przez nieszczelność dławika i tłoka można wprowadzić do przestrzeni pod tłokiem 3 przewód odgałęziony.

Podczas ruchu tłoka w górę zawartość cylindra 1 zostaje przetłoczona przez przewód z kurkiem 7 do cylindrycznego naczynia do rozpuszczania 8, w którym obraca się walec 9, osadzony mimośrodowo. Do naczynia do rozpuszczania 8 równocześnie wciska się z zapasowego zbiornika za pomocą pompy 10 obliczone ilości kwasu mineralnego o stężeniu wystarczającym do rozpuszczenia celulozy. Miejsca wyjścia kwasu rozpuszczającego dzieli się, jak to przedstawiono na fig. 1, za pomocą pierścieniowego przewodu o większej liczbie otworów na całą pojemność cylindra 8. Dzięki obracającemu się mimośrodowo osadzonemu walcowi 9 do ruchu naprzód, wywołanego przez posuwający się tłok 3, dołącza się ruch kołowy masy, co wywołuje silne mieszanie się zawiesziny z kwasem rozpuszczającym tak, że przez przewód 11 z komory do rozpuszczania 8 wychodzi przezroczysty roztwór celulozy, który ewentualnie po przeprowadzeniu przez niepokazany na rysunku sączek doprowadza się za pomocą pompy dawkującej 12 do przedzarki.

W urządzeniu tym wywołuje się więc równomierne przesyłanie roztworu dalej za

pomocą tłoka 3. Urządzenie obsługuje się w ten sposób, że cylinder 1 napełnia się zawiesiną przy tłoku 3 stojącym nisko i przy odjętej pokrywie 2, a następnie, gdy pokrywa 2 jest przyśrubowana, odpowietrza się, podczas gdy pracuje inny tłok 3. Gdy tłok ten osiągnął swe najwyższe położenie, jest on nieruchomy, a równocześnie zaczyna działać inny tłok, po przestawieniu kurka 7. Wskutek tego zawiesina wpływa sposobem ciągłym do komory do rozpuszczania 8 oraz dalej przez przewód 11 do przedzarki, podczas gdy cylinder 1 obsługuje się w sposób przerywany. Do wytwarzania zawiesiny celulozy można stosować także więcej niż jeden cylinder 1.

W urządzeniu według fig. 2 urządzenie to również zasila się przez napełnianie zawiesiną celulozy na przemian co najmniej dwóch cylindrów 13, przy czym urządzenie przy dalszym ruchu odpowietrza się za pomocą kurka 15. Cylindry nie posiadają w tym przypadku pokryw odejmowalnych, lecz napełnia się je przy całkowicie wyciągniętych tłokach 14. Rola cylindrów 1 i tłoków 3 polega w tym przypadku jedynie na równomiernym doprowadzaniu zawiesiny pod niewielkim ciśnieniem przez przestawną zasuwę do ślimaka przenośnikowego 16. Przy takim wykonaniu cylindry 13 i tłoki 14 nie muszą być wykonane tak mocnymi, jak w urządzeniu według fig. 1, ponieważ właściwe przenoszenie zawiesiny uskutecznia się za pomocą napędzanego ślimaka 16, który prowadzi ją do komory do rozpuszczania 17, zaopatrzonej również w napędzany ślimak 18, do której równocześnie przez przewód 19 wtłaczany jest kwas do rozpuszczania. W celu polepszenia mieszania w komorze 18 znajduje się równocześnie ślimak o przeciwnie skierowanych zwojach, nie przedstawiony na rysunku. Po opuszczeniu komory do rozpuszczania 17 roztwór przeprowadza się jeszcze, w celu ujednostajnienia, przez dwa lub większą liczbę ślimaków 20 włączonych równolegle, które

dalej przez przewód 21 przetłaczają roztwór do miejsca zużytkowywania. Przy tym sposobie pracy, zarówno przed komorą do rozpuszczania jak i za nią, znajdują się narządy przenoszące, tak że wytwarzanie ciśnienia jest rozdzielone na całe urządzenie.

Fig. 3 przedstawia urządzenie, nadające się do wytwarzania roztworów pozbawionych powietrza i zawierających dużo celulozy. Zbiornik 22 posiadający mieszałko 23 i przewód do odpowietrzania 24 przedstawiono na rysunku jeden, podczas gdy w rzeczywistości urządzenie posiada co najmniej dwa takie zbiorniki zaopatrzone w zasuwę do przełączania, taką jak np. zasuwa 27 na fig. 2. W zbiorniku 22 zawiesinę obrabia się mieszając nadmiarem kwasu powodującego pęcznienie, po czym odpowietrza się ją przez przewód 24. Masa jest w tym przypadku tak rzadka, że sama spływa do komory z napędzanym ślimakiem 25, przy czym pracują na zmianę poszczególne zbiorniki 22. Ślimak 25 w tym przypadku jest wykonany w postaci ślimaka wyciskającego. Wewnętrzna ściana komory do wyciskania posiada szczeliny lub otwory, przez które pod naciskiem ślimaka usuwa się nadmiar kwasu wywołującego pęcznienie do komory pośredniej 26, z której uchodzi on przez przewód 28. Zawiesinę zawierającą mniej kwasu wywołującego pęcznienie przeciska się następnie dalej do komory do rozpuszczania 17, posiadającej dopływ kwasu rozpuszczającego przez pompę 19, i przez komory 20 ze ślimakami ujednostajnającymi doprowadza się przewodami 21 do miejsca zużytkowywania.

Sposób pracy przy pomocy prostego urządzenia według fig. 1 stosuje się zwłaszcza w tych przypadkach, gdy nie jest wymagane przenoszenie roztworu na szczególnie znaczne wysokości. W przeciwnieństwie do tego w urządzeniach według fig. 2 i 3, dzięki podziałowi ciśnienia na całe urządzenie, pracuje się szybciej i urządzenia te są szczególnie korzystne.

We wszystkich przypadkach dobrze jest zaopatrzyć urządzenie od zbiornika do miejsca zużytkowywania w płaszcz do chłodzenia, przez który przepływa solanka o temperaturze mniej więcej 0°C. Płaszcz ten nie jest przedstawiony na rysunku.

Przeprowadzanie sposobu według wynalazku niniejszego nie jest rozumie się związane wyłącznie z wyżej opisanym urządzeniem. Można oczywiście również przenosić zawieszinę przy pomocy pomp, a urządzeniu można nadać postać inną, niż opisano powyżej dla przykładu.

Przykład I. Po 3 kg celulozy suszonej powietrzem miesza się chłodząc do 0°C z 30 kg kwasu siarkowego o 59,0% H_2SO_4 i wlewa w urządzenie według fig. 1 lub 2 do również chłodzonego cylindra 1 lub 13 i odpowietrza się. Stąd zawieszinę doprowadza się w zabiegu ciągłym przez przesuwanie tłoka w czasie mniej więcej 30 minut na każdy cylinder do komory do rozpuszczania 17, do której równocześnie doprowadza się w zabiegu ciągłym ze zbiornika zapasowego za pomocą pompy dawkującej 19 75%-owy kwas siarkowy w ilości 11 kg na każdy ładunek. Podczas gdy jeden z cylindrów do napełniania 13 opróżnia się, drugi cylinder 13 jest napełniany i odpowietrzany, a następnie, po przełączeniu, postępuje się w taki sam sposób, jak poprzednio. Rozpuszczanie następuje w temperaturze mniej więcej 0°C. Z komory do rozpuszczania wypływa nieprzerwanie zupełnie przezroczysta masa, z której można w zwykły sposób prąść włókna lub też przerabiać ją w inny sposób.

Przykład II. W naczyniu 22 urządzenia według fig. 3 umieszcza się w temperaturze 0°C każdorazowo po 4,5 kg celulozy (suszonej powietrzem) w 45 kg kwasu siarkowego zawierającego 59,5% H_2SO_4 . Zawartość naczynia miesza się, po czym odpowietrza się. Z naczynia ładunek wypuszcza się do komory 26 ze ślimakiem wyciskającym 25,

do której na każdy ładunek wciska się 16 kg kwasu, wywołującego spęcznianie, który uchodzi przez rurę 28 tak, że masa wchodząc do komory do rozpuszczania 17 zawiera na 4,5 kg — 29 kg kwasu wywołującego pęcznienie. W komorze 17 na każdy ładunek wciska się 9,5 kg ochłodzonego do 0°C kwasu siarkowego o zawartości 75% H_2SO_4 . Powstały roztwór zawiera 9,8% celulozy i 57% H_2SO_4 . W komorze do rozpuszczania 17 z mieszałem ślimakowym 18 wyciśniętą celulozę zwilżoną kwasem siarkowym miesza się dokładnie z wysokoprocetowym kwasem rozpuszczającym, doprowadzanym pompą 19 i ewentualnie w dodatkowo włączanych aparatach rurowych ze ślimakami 20 jeszcze dalej ujednrodnia, a następnie przewodem rurowym 21 doprowadza do maszyn przedziałniczych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób przygotowywania roztworu celulozy w mocnych kwasach mineralnych do wytwarzania nici, błon i podobnych wyrobów, znamieny tym, że do zawiesziny celulozy w kwasie mineralnym, którego stężenie jest nie wiele mniejsze od stężenia potrzebnego, lecz do rozpuszczania celulozy nie wystarcza, dodaje się podczas przetłaczania zawiesziny do dysz przedziałniczych taką ilość mocnego kwasu mineralnego, że przy równomiernym mieszaniu następuje rozpuszczanie celulozy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że zawieszinę przed dodaniem mocnego kwasu uwalnia się sposobem ciągłym, np. za pomocą ślimaka wyciskającego, od części cieczy, w której wytworzona jest zawieszina.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że zawieszinę odpowietrza się przed dodaniem mocnego kwasu mineralnego.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że wytwarza się każdorazowo

małą ilość zawiesiny celulozy, a koagulowanie roztworu przeprowadza się bardzo szybko.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamieny tym, że do równomiernego mieszania zawiesiny celulozy z mocnym kwasem mineralnym stosuje się komory do rozpuszczania o możliwie małych wymiarach.

6. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1 — 5, znamienne tym, że składa się co najmniej z dwóch cylindrów z doszlifowanymi tłokami, pracującymi na przemian, które na zmianę stosuje się do pobierania zawiesiny celulozy, oraz z przewodu próżniowego do odpowietrzania zawartości cylindrów i przewodu łączącego z kurkiem do celu łączenia z komorą do rozpuszczania, która posiada urządzenie do mieszania i jeden lub kilka króćców dopływowych do kwasu do rozpuszczania, jak również króćce odpływowe do odprowadzania roztworu do zużytkowywania.

7. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1 — 5, znamienne tym, że składa się co najmniej z dwóch cylindrów do pobierania zawiesiny, mających przewód próżniowy i pracujące na przemian tłoki do dalszego dostarczania zawiesiny pod niewielkim ciśnieniem przez przestaw-

ną zasuwę na ślimak przenośnikowy, do którego przyłączony jest drugi ślimak przenośnikowy, tworzący komorę do rozpuszczania i posiadający przeciwnie skierowane zwoje, do którego przedniej części wchodzi przewód do kwasu do rozpuszczania i który jest połączony z jednym lub kilkoma równolegle włączonymi dalszymi ślimakami przenośnikowymi.

8. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1 — 5, znamienne tym, że składa się co najmniej z dwóch naczyń do wytwarzania i odpowietrzania zawiesiny, posiadających mieszałki i przewody próżniowe i działających na przemian przez przestawną zasuwę, oraz z przyłączonego ślimaka przenośnikowego, wywołującego nacisk i stanowiącego ślimak wyciskający, który łączy się z komorą do rozpuszczania, zawierającą ślimak i drugi ślimak o przeciwnie skierowanych zwojach, posiadający na przednim końcu króćce do kwasu do rozpuszczania i ewentualnie połączony z dalszymi ślimakami przenośnikowymi.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy

Fig. 1

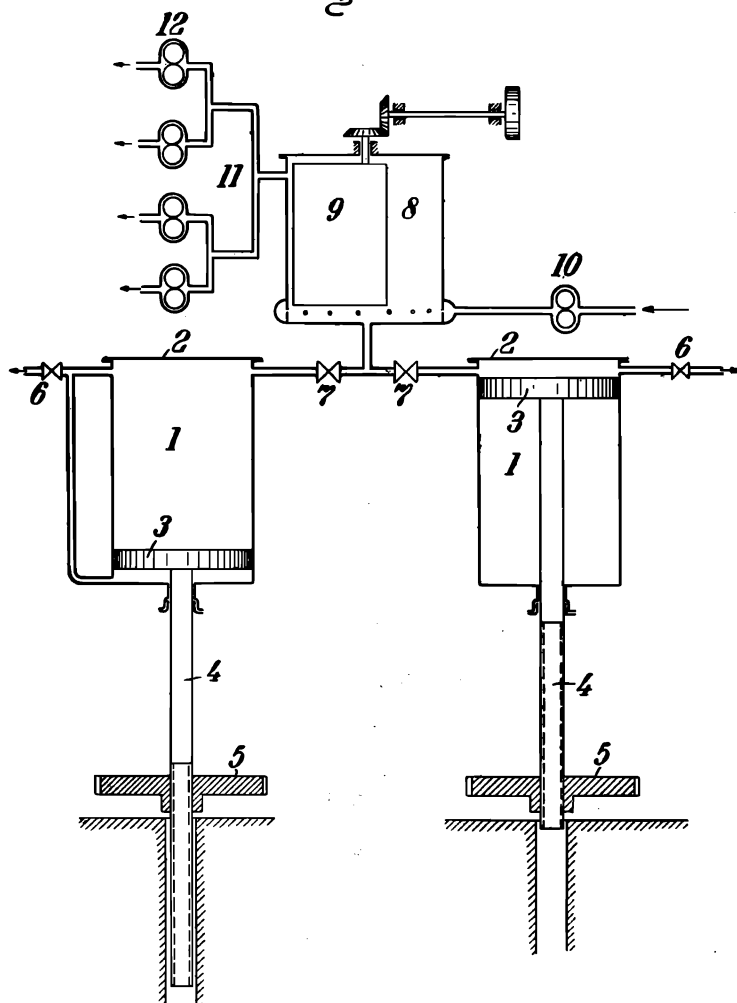


Fig. 2

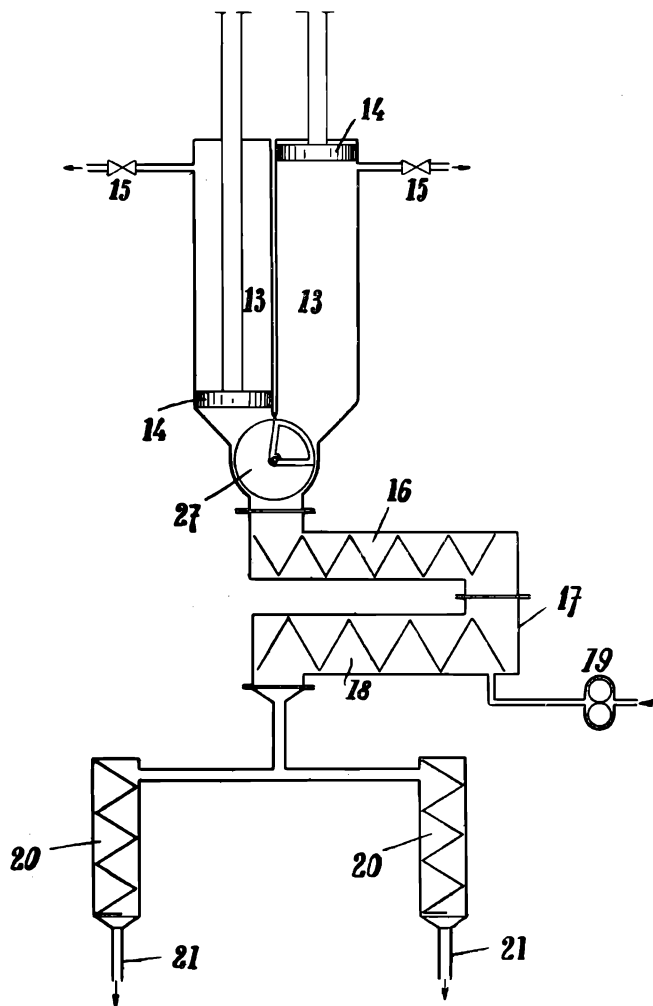


Fig. 3

