

COT b 29/12



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43558

Kl. 39 b, 14

Tomaszowskie Zakłady Włókien Sztucznych *)

39 b¹, 29/12

Tomaszów Mazowiecki, Polska

Sposób wytwarzania gąbek z wiskozy

Patent trwa od dnia 15 września 1959 r.

W literaturze patentowej opisanych jest wiele metod otrzymywania tworzyw porowatych z wiskozy, szczególnie gąbek. W większości metod otrzymywania gąbek wiskozowych jako środek do otrzymywania por w masie stosuje się sól glauberską grubokrystaliczną.

Koagulację i regenerację przeprowadza się w parze pod zwiększonym ciśnieniem, a następnie w roztworach kwasów i soli lub przy pomocy prądu elektrycznego. W innych ze znanych metod stosowane są środki rozkładające się w wiskozie z wydzieleniem produktów gazowych tworzących pory, względnie spienia się wiskozę. Koagulację i regenerację przeprowadza się w wyżej podany sposób. Stosowanie soli glauberskiej o grubych kryształach powoduje

duży stosunkowo koszt produkcji, również prowadzenie procesu pod zwiększonym ciśnieniem wymaga wysokich nakładów na drogą aparaturę wykonywaną z tworzyw odpornych na działanie produktów rozkładu celulozoksantoganianu. Produkty otrzymywane przy stosowaniu opisanych metod odznaczają się z reguły nierównomierną porowatością, niską wytrzymałością mechaniczną na zmęczenie, po wyschnięciu i powrotnym zwilżeniu nie wracają do pierwotnego kształtu, a także przy stosowaniu włókien lnianych lub konopnych nie można im nadać żadnej barwy.

Jest rzeczą wiadomą, że jakość otrzymywanych gąbek zależy w pierwszym rzędzie od użytego w procesie surowca celulozowego oraz od dodatków zmieniających strukturę masy wiskozowej w trakcie procesu, bądź też dodatków wpływających na zmianę właściwości gotowego tworzywa porowatego. Dopiero po dobraniu odpowiedniego składu masy można oczekiwać, że przy określonym dalszym postępowaniu uzyska się produkt o najwyższej jakości.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Stanisław Matyniak, mgr Zenon Wielgosz, mgr inż. Tadeusz Leosz, inż. Bohdan Dawidowicz, mgr Bruno Badowski, Jerzy Kozłowski i mgr inż. Jerzy Wolszakiewicz.

Sposób wytwarzania gąbek wiskozowych, stanowiący przedmiot niniejszego wynalazku umożliwia rozwiązanie tego zagadnienia w sposób prosty i tani i pozwala otrzymywać produkt pozbawiony wad spotykanych w tego rodzaju produktach otrzymywanych znanymi metodami.

Według wynalazku jako surowiec podstawowy stosuje się celulozę o takim stopniu polimeryzacji, aby gotowy produkt posiadał średni stopień polimeryzacji w granicach 500—800.

Proces siarczowania poszarpanej alkaliceleulozy prowadzi się przy użyciu 50—80% dwusiarczku węgla. Z otrzymanego w ten sposób celulozoksantogenianu sodowego sporządza się wiskozę i dodaje do niej produktu kondensacji sulfonowanego naftalenu z formaldehydem w ilości około 5% w stosunku do alfacelulozy, uszlachetnionego włókna lnianego, np. w odcinkach o długości 3 cm. oraz dwunitrozo-pięciometyleno-czteroaminy. Dodatek tej ostatniej substancji w ilości 0,1—5%, najkorzystniej w ilości około 1% w stosunku do alfa-celulozy nadaje gąbkom szczególnie cenne właściwości takie jak elastyczność, sprężystość, wytrzymałość na zmęczenie w stanie mokrym, odpowiedni układ por w tworzywie itp. Dalsze zwiększenie wytrzymałości tworzywa na rozerwanie zapewnia dodatek uszlachetnionego włókna lnianego, który nie stanowi przy tym przeszkody przy barwieniu tworzywa. Powiązanie tych włókien z masą i dobre rozproszanie ich w niej umożliwia dodatek produktu kondensacji sulfonowanego naftalenu z formaldehydem.

Po dokładnym wymieszaniu masę pozostawia się w spokoju w ciągu np 1 godziny, po czym miesza się ją z uwodnionym siarczanem sodowym metalizowanym glinem, w ilości 1 część wagowa soli na 1,8 części wagowych masy. Do tego celu najlepiej nadaje się siarczan sodowy drobnokrystaliczny, otrzymywany jako produkt uboczny przy produkcji włókien metodą wiskozową. Koagulowanie masy prowadzi się w naczyniach których ścianki wyłożone są tworzywem charakteryzującym się wysoką przyczepnością do reagującej masy. Dzięki temu możliwa do osiągnięcia jest właściwa orientacja błonek celulozowych wskutek zapobiegnięcia skurczowi masy. Proces ten najkorzystniej jest prowadzić za pomocą prądu elektrycznego o zmiennym napięciu do 24 Volt i takim natężeniu, aby temperatura masy wzrosła w ciągu 3 godzin od 20°C do 95°C. Podane warunki koagulowania masy zapewniają uzyskanie produktu o wysokiej wytrzymałości na rozerwanie w odróżnieniu od znanych sposobów koagulowania za

pomocą prądu elektrycznego, które dają produkty o stosunkowo niskiej wytrzymałości, a równocześnie ulegające bardzo szybko procesowi starzenia.

Reszkowy celulozoksantogenian rozkłada się we wrzącym roztworze soli glauberskiej w ciągu kilkunastu minut, po czym uzyskane porowate tworzywo płucze się w ciągu kilkunastu minut strumieniem wody i odwirowuje, a następnie wykańcza roztworem wody utlenionej lub podchlorynu sodowego.

Sposób według wynalazku, który bliżej ilustruje poniższy przykład pozwala otrzymywać gąbki przy bardzo niskich kosztach i znacznie skróconym czasie cyklu produkcyjnego.

Przykład. Celulozę zadaje się ługiem sodowym 18,5%, a następnie oddziela się większą część ługu, tak aby uzyskać z 1 kilograma celulozy około 2,7 kg alkaliceleulozy. Otrzymaną alkaliceleulozę rozdrabnia się w szarpaczku typu Werner-Pfeiderer w ciągu 2 godzin, a następnie zadaje dwusiarczkiem węgla w ilości około 60% w stosunku do alfa-celulozy. Proces siarczowania prowadzi się w ciągu 3 godzin, utrzymując cały czas temperaturę około 20°C. Otrzymany celulozoksantogenian sodowy zadaje się wodą miękką i ługiem sodowym 4%-wym w takiej ilości, aby alkaliczność wiskozy wynosiła około 5%. W czasie procesu rozpuszczania, wodę i ług dozuje się małymi porcjami w ciągu kilkudziesięciu minut przy intensywnym mieszaniu masy. Następnie dodaje się do masy produktu kondensacji sulfonowanego naftalenu z formaldehydem w ilości do 5% licząc na alfa-celulozę. Mieszanie prowadzi się w dalszym ciągu przez 4—5 godzin, chłodząc intensywnie mieszadło. Tak przygotowaną wiskozę przenosi się do specjalnego mieszalnika i dodaje włókna lnianego uszlachetnionego w ilości około 15 g na 1 kg masy. Włókno z masą miesza się około 15 minut i pozostawia na okres około 60 minut. Jednocześnie z włóknem dodaje się do masy dwunitrozo-pięciometyleno-czteroaminy w ilości około 1% licząc na α -celulozę.

Oddzielnie przygotowuje się siarczan sodowy dziesięciowodny drobno krystaliczny. Siarczan taki otrzymuje się przy szybkiej krystalizacji w procesie wiskozowym. Kryształ siarczanu pokrywa się glinem metalicznym, przy czym stosunek metalu do siarczanu wynosi 1:1000— Tak spreparowany siarczan miesza się z masą w stosunku 10:18 części wagowych. Mieszanie masy należy prowadzić bardzo energicznie w ciągu 5 minut. Przygotowaną masę przenosi się do formy, w której podstawie

umieszczona jest elektroda perforowana, drugą elektrodę perforowaną umieszcza się z wierzchu naczynia. Całość umieszcza się na stole wibracyjnym i ubija masę w ciągu kilku minut. W dalszym ciągu masa dojrzewa w temperaturze około 20°C w ciągu 3—4 godzin dla uzyskania odpowiedniej konsystencji. Z chwilą gdy masa nadaje się do rozpoczęcia procesu koagulacji włącza się do obwodu prąd elektryczny zmienny 50 Hz. Stosowane jest napięcie bezpieczne 24 V. Natężenie prądu dobiera się tak, aby temperatura masy wzrosła w ciągu 3 godzin od 20°C do 95°C. Skoagulowaną masę tnie się na prostopadłością o żądanych wymiarach, resztkowy ksantogonian usuwa się przez odgotowanie gąbek w roztworze soli glauberskiej w ciągu kilkunastu minut. Produkty rozkładu ksantogonianu usuwa się płuczac gąbki strumieniem wody, a następnie odwirowując. Gąbki wykańcza się w ciepłym i rozcieńczonym roztworze wody utlenionej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania gąbek z wiskozy przez poddawanie koagulacji za pomocą ogrzewania prądem elektrycznym masy wiskozowej zawierającej sól glauberską, włókna oraz dodatki polepszające strukturę tworzywa, a w końcu przez usuwanie resztkowego celulozoksantogonianu z tworzywa, płukanie i suszenie, znamieny tym, że do sporządzania wiskozy stosuje się celulozę o takim stopniu polimeryzacji, aby gotowy produkt posiadał średni stopień polimeryzacji w granicach 500—800, przy czym wiskożę miesza

się z dodatkiem sulfonowanego naftalenu kondensowanego z formaldehydem, dodatkiem uszlachetnionego włókna lnianego oraz dodatkiem dwunitrozo-pięciometyleno-czteraminy, a w końcu z krystalicznym siarczanem sodowym metalizowanym glinem, po czym proces koagulacji prowadzi się w formach przy temperaturze poniżej 100°C i w końcu otrzymane tworzywo ogrzewa się we wrzącym roztworze soli, płucze wodą i wykańcza w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że do sporządzania wiskozy stosuje się celulozoksantogonian sodowy otrzymany przy użyciu 50—80% dwusiarczku węgla.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że koagulowanie masy prowadzi się w naczyniach, których ścianki charakteryzują się wysoką przyczepnością do reagującej masy.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tym, że proces koagulowania masy prowadzi się przez podnoszenie temperatury masy w ciągu trzech godzin od 20°C do 95°C.
5. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się dwunitrozo-pięciometyleno-czteraminę w ilości do kilku procent najkorzystniej w ilości 1%.
6. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się siarczan sodowy metalizowany glinem w ilości 1:1,8 w stosunku do masy.

Tomaszowskie Zakłady
Włókien Sztucznych