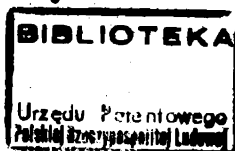


DOH 7/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44511

Kl. 29 b, 3/65

Łódzkie Zakłady Włókien Sztucznych*)

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania włókna z polialkoholu winylowego

Patent trwa od dnia 14 lipca 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania włókna z wodnego roztworu polialkoholu winylowego.

Wytwarzanie włókna z wodnych roztworów polialkoholu winylowego jest na ogół znane z licznych patentów i publikacji naukowych. Proces technologiczny wytwarzania tego włókna składa się zasadniczo z następujących czynności: przygotowanie wodnego roztworu z polialkoholu winylowego o stopniu polimeryzacji 1000—2500, stanowiącego roztwór przedny, formowanie włókna w roztworach odwadniających, suszenie włókna, termiczna obróbka wytworzonego włókna, acetalacja i wreszcie wykończenie go. Włókna, wytwarzane z polialkoholu winylowego ze względu na obecność wolnych grup wodorotlenowych powodujących stosunkowo dużą chłonność wody, należą do

włókien syntetycznych stanowiących ogniwo pośrednie między hydrofobowymi włóknami syntetycznymi, a hydrofilowymi włóknami sztucznymi.

Według znanych sposobów roztwór przedny otrzymuje się przez rozpuszczenie w wodzie polialkoholu winylowego o stopniu polimeryzacji 1000 — 2500 i o zawartości poniżej 1% resztkowych grup octanowych i możliwie małej zawartości (poniżej 0,5%) soli nieorganicznych pozostałych po alkoholizacji octanu poliwinylu.

Aby otrzymać roztwór jednorodny należy stosować polialkohol winylowy w postaci mało sproszkowanej, co przyspiesza rozpuszczenie polialkoholu winylowego w wodzie, zapobiega tworzeniu się żeli i ułatwia filtrowanie. Roztwory przedne podczas przechowywania wytwarzają na swej powierzchni, a zwłaszcza w pobliżu ścianek zbiorników błony, które utrudniają proces przygotowywania roztworu przednego. W celu zapobiegania tworzeniu się żeli i błon, po rozpuszczeniu polialkoholu winylowego w wodzie o temperaturze 85 — 95°C

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Emil Kraul, inż. Jan Clapiński, inż. Wacław Sopiela, inż. Marian Sobolewski i inż. Zbigniew Rybicki.

otrzymany roztwór przedny utrzymuje się w temperaturze 60 — 70°C.

Podczas przechowywania roztworu przednego w granicach podanych wyżej temperatur, obserwuje się najmniejsze zmiany lepkości roztworu, przy czym należy ściśle przestrzegać, aby wartość pH roztworu przednego oraz kąpeli koagulacyjnej były poniżej 7, co uzyskuje się przez dodanie do roztworu przednego oraz kąpeli koagulacyjnej np. $ZnSO_4$. Ponieważ utrzymywanie roztworu przednego w temperaturach 50° — 70°C jest dość kłopotliwe, do roztworu tego dodaje się środków stabilizujących, np. oleju tureckiego, mydła lub klejów, co umożliwia obniżenie temperatury przechowywania do 30 — 40°C.

Przy wytwarzaniu roztworu przednego, w zależności od stopnia polimeryzacji polialkoholu, stosuje się roztwór 14 — 18%-owy, przy czym lepkość jego powinna wynosić 15 — 25 poise'a.

Tak przygotowany roztwór przedny wtryskuje się przez filierę do kąpeli koagulacyjnej (odwadniającej) o temperaturze 50 — 60°C z prędkością około 15 — 40 m/min. Brak bliższych szczegółów prowadzenia tego procesu przedzenia w literaturze.

Kąpiel koagulacyjna zawiera 300 — 420 g/l Na_2SO_4 z dodatkiem do 30 g/l $ZnSO_4$.

Uformowane włókno w następnych kąpielach również odwadniających, o stężeniu zbliżonym do stężenia kąpeli koagulacyjnej i o temperaturze podwyższonej do 80 — 90°C, jest poddawane rozciąganiu do 100 — 400%, po czym włókno płucze się w kąpielach płuczących o różnych składach. Jako kąpiel płuczącą stosuje się zwykle wodę.

Następny proces suszenia włókna przeprowadza się w temperaturze 60 — 120°C.

Uformowane i wysuszone włókno poddaje się następnie dwuokresowej obróbce cieplnej, przy czym w pierwszym okresie tej obróbki włókno poddaje się dalszemu rozciąganiu w temperaturze 160 — 220°C do 20 — 30%, natomiast w drugim okresie tej obróbki włókno poddaje się w temperaturze 210 — 230°C kontrolowanej relaksacji o 20% w ciągu 0,5 — 5,0 minut, przy czym następuje ostateczna stabilizacja włókna.

Tak stabilizowane włókno jest jeszcze wrażliwe na gorącą wodę. W celu zmniejszenia jego rozpuszczalności w wodzie, poddaje się go acetalacji przez przepuszczanie w kąpeli zawierającej aldehydy lub ich wodne roztwory. Jako aldehydy stosuje się np. formaldehyd, acetal-

dehyd, aldehydy aromatyczne, dwualdehydy, ketoaldehydy, acetale oraz ich mieszaniny lub pochodne tych związków.

Włókno przed lub po acetalowaniu można poddawać różnym znanym modyfikacjom chemicznym, w celu poprawienia jego właściwości.

Według wynalazku proces przedzenia włókna z wodnego roztworu polialkoholu winylowego do kąpeli koagulacyjnej o znanym składzie przeprowadza się w ten sposób, że prowadzi się go w dwóch fazach, przy czym w pierwszej fazie koagulacji następuje relaksacja włókna, a w drugiej fazie jego wyciąganie. Osiąga się to przez wtryskiwanie roztworu przednego z prędkością 12 — 13 m/min. i następnie wyciąganie włókna w tejże kąpeli koagulacyjnej pod kątem 90°, przy czym droga zwolnionego wyciągu warunkującego relaksację włókna wynosi 130 — 150 cm, najkorzystniej 140 cm. Prędkość prowadzenia włókna w tych warunkach wynosi w miejscu załamania kierunku tasiemki włókna około 8,5 m/min.

W drugiej fazie włókno jest odbierane z prędkością około 15 m/min. Podane warunki relaksacji oraz wyciągu włókna warunkują jego wysoką wytrzymałość mechaniczną.

Prawidłowy przebieg procesu dwuokresowej obróbki cieplnej jest zależny od zawartości wody w wysuszonym już włóknie. Nadmierna zawartość wody w czasie obróbki cieplnej powoduje częściowe rozpuszczanie się włókna w zawartej w nim wodzie oraz wpływa ujemnie na jakość wytwarzanego włókna. Dopuszczalna zawartość wilgoci w wysuszonym włóknie nie powinna przekraczać 3%. Wysuszenie zaś włókna do maksymalnej zawartości wilgoci 3% w maksymalnej dopuszczalnej temperaturze suszenia 120°C jest nieosiągalne przy zbyt dużej zawartości soli we włóknie po kąpielach odwadniających.

W celu uzyskania określonego składu włókna przekazywanego do suszenia, warunkującego prawidłowy przebieg suszenia, stosuje się po kąpielach odwadniających kąpiel płuczącą. Włókno przekazywane do suszenia powinno posiadać skład następujący: polialkohol winylowy 35,0 — 37,0% wagowych, wody 58,0 — 60,0% wagowych oraz soli 5,0 — 7,0% wagowych.

Aby uzyskać podany wyżej skład włókna przed jego suszeniem, stosuje się według wynalazku kąpiel płuczącą stanowiącą wodny roztwór siarczanu sodowego o stężeniu 140 —

155 g/l. Temperatura kąpielii płuczacej wynosi 25 — 29°C, a czas płukania tasiemki włókna wynosi około 1 minuty.

Opisany na wstępie proces przyrządzania roztworu przednego wymaga wartości pH tego roztworu oraz kąpielii koagulacyjnej poniżej 7. Stwierdzono, że przy zawartości popiołu w polialkoholu winylowym nie przekraczającej 0,2% wagowych, stosuje się według wynalazku roztwory przedne oraz kąpiele koagulacyjne o wartości $\text{pH} = 7$. Upraszcza to w znacznym stopniu przygotowywanie roztworu przednego, ponieważ nie wymaga dodawania do roztworu przednego soli regulujących wartość pH.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania włókna z polialkoholu winylowego przez koagulację jego wodnego roztworu w kąpielii koagulacyjnej, odwadnianie sformowanego już włókna wraz z jego rozciąganiem, wypłukaniem części zawartej w nim soli, wysuszenie włókna, jego termiczną obróbkę i acetalowanie, znamienny tym, że roztwór przedny wtryskuje się do kąpielii koagulacyjnej z prędkością 12 — 13

m/min. i przeprowadza się w niej z załamaniem pod kątem 90° tak, iż w miejscu załamania formujące się włókno posiada prędkość 8,5 m/min., a wyciąganie włókna z tej kąpielii koagulacyjnej prowadzi się z prędkością 15 m/min., przy czym w okresie od momentu wtryku do miejsca załamania długość drogi w czasie relaksacji włókna wynosi 130 — 150 cm.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że włókno po kąpielach odwadniających przeprowadza się przez kąpiel płuczającą, stanowiącą wodny roztwór siarczanu sodowego o stężeniu 140 — 155 g/l.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, przy otrzymywaniu roztworu przednego z polialkoholu winylowego o zawartości popiołu poniżej 0,2% wagowych, znamienny tym, że stosuje się roztwór przedny oraz kąpiel koagulacyjną o wartości $\text{pH} = 7$.

Łódzkie Zakłady Włókien
Sztucznych

Zastępca: mgr inż.: Aleksander Samujłło,

rzecznik patentowy